



جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۵۶۵

تجدیدنظر اول

۱۳۹۴

**INSO**

**565**

**1st. Revision**

**2016**

گریس‌های روان‌کننده - تجزیه شیمیایی -  
روش‌های آزمون

**Lubricating greases — Chemical analysis —  
Test methods**

**ICS: 75.100**

## به نام خدا

### آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

نام موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۹۰/۷/۲۴ جهت اجرا ابلاغ شده است. تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرفکنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال میشود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان های علاقه مند و ذی صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می شوند که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل میدهد به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد (ISO)<sup>۱</sup> کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)<sup>۲</sup> و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)<sup>۳</sup> است و به عنوان تنها رابط<sup>۴</sup> کمیسیون کدکس غذایی (CAC)<sup>۵</sup> در کشور فعالیت می کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی های خاص کشور، از آخرین پیشرفت های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی بهره گیری می شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. سازمان می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استانداردهای کالاهای صادراتی و درجه بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) و وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه سازمان ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آنها اعطا و بر عملکرد آنها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، کالیبراسیون (واسنجی) و وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International organization for Standardization

2- International Electro technical Commission

3- International Organization for Legal Metrology (Organization International de Metrology Legal)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد  
«گریس‌های روان‌کننده- تجزیه شیمیایی- روش‌های آزمون»  
(تجدید نظر اول)

**رئیس:**

هاشمی، مهدی  
(دکتری شیمی تجزیه)

**سمت و/ یا نمایندگی**

دانشگاه بوعلی سینا همدان

**دبیر:**

افتخاری دافچاهی، سمیه  
(کارشناس ارشد شیمی فیزیک)

شرکت رویان پژوهان سینا

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

اسمعیلی طارمسری، معصومه  
(کارشناس ارشد شیمی فیزیک)

شرکت رویان پژوهان سینا

بیگدلی، داوود  
(کارشناس ارشد شیمی تجزیه)

آزمایشگاه پیرایه زیست قزوین

بیگلری، حسن  
(کارشناس ارشد شیمی تجزیه)

پژوهشکده شیمی و پتروشیمی پژوهشگاه استاندارد

حسینی، مجتبی  
(کارشناس ارشد شیمی آلی)

شرکت بندر آبادان ده هزار

خزلی، امیر  
(کارشناس ارشد شیمی تجزیه)

شرکت نفت بهران

ردائی، احسان  
(کارشناس ارشد شیمی تجزیه)

اداره کل استاندارد استان همدان

شیخ علیزاده، کاملیا  
(کارشناس شیمی)

پالایشگاه نفت پارس

صیافی، سید محمد  
(کارشناس شیمی)

شرکت پالایش الموت آبادان

شرکت رویان پژوهان سینا

صنعتگر، الهام  
(کارشناس ارشد شیمی فیزیک)

شرکت پتروپالایش کاسیان

قصابانی، مژگان  
(کارشناس شیمی)

## فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش‌گفتار
ز	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۸	۴ مواد و/یا واکنشگرها
۱۰	۵ نمونه
۱۰	۶ مواد و/یا واکنشگرها
۱۲	۷ تعیین مواد نامحلول، صابون، چربی، روغن نفتی و مواد صابونی نشدنی
۲۲	۸ دقت و اریبی
۲۴	پیوست الف (اطلاعاتی) روش تکمیلی برای تجزیه گریس‌های روان‌کننده
۲۷	پیوست ب (اطلاعاتی) کتاب‌نامه

## پیش‌گفتار

استاندارد «گریس‌های روان‌کننده- تجزیه شیمیایی- روش‌های آزمون» نخستین بار در سال ۱۳۷۵ تدوین شد. این استاندارد براساس پیشنهادهای رسیده و بررسی توسط شرکت رویان پژوهان سینا و تایید کمیسیون‌های مربوط برای اولین بار مورد تجدید نظر قرار گرفت و در شصت و ششمین اجلاس کمیته ملی استاندارد فراورده‌های نفتی مورخ ۱۳۹۴/۱۱/۱۹ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات سازمان ملی استاندارد ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدیدنظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۵۶۵ سال ۱۳۷۵ است.

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

ASTM D128: 2014, Standard test methods for analysis of lubricating grease

## مقدمه

روش‌های آزمون ذکر شده در این استاندارد را می‌توان برای شناسایی و تعیین کمی برخی از ترکیبات گریس‌های روان‌کننده مورد استفاده قرار داد. این روش‌ها برای بسیاری از گریس‌ها، اما نه همه آن‌ها، کاربرد دارد. جزئیات دیگر روش‌های آزمون برای تجزیه گریس در پیوست ب ارائه شده است.

## گریس‌های روان‌کننده - تجزیه شیمیایی - روش‌های آزمون

**هشدار-** در این استاندارد تمام موارد ایمنی و بهداشتی نوشته نشده است. در صورت وجود چنین مواردی، مسئولیت برقراری اقدامات ایمنی و سلامتی مناسب و اجرای آن بر عهده کاربر این استاندارد است.

### ۱ هدف و دامنه کاربرد

۱-۱ هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روش‌هایی برای تجزیه گریس‌های متداول که به طور عمده از روغن‌های نفتی و صابون تشکیل شده‌اند، می‌باشد. مواد سازنده‌ای که قابل اندازه‌گیری است شامل صابون، مواد صابونی نشدنی (روغن نفتی و غیره)، آب، قلیائی آزاد، اسید چرب آزاد، چربی، گلیسیرین و مواد نامحلول می‌باشد.

**یادآوری -** کلیه روش‌هایی که در این استاندارد شرح داده می‌شود بهتر است به وسیله یک آزمایشگر خبره انجام شود تا بتواند تکنیک‌های مناسب را در موارد لزوم تطبیق دهد.

۲-۱ روش آزمون تکمیلی در پیوست الف ارائه شده است. این روش آزمون به طور کلی برای گریس‌هایی که حاوی عوامل سفت‌کننده<sup>۱</sup> نامحلول در n- هگزان است و همچنین برای گریس‌هایی که به سبب وجود مواد سازنده‌ای (از قبیل سیال‌های غیرنفتی یا عوامل سفت‌کننده غیرصابونی، یا هر دو) که به وسیله روش-های معمول قابل اندازه‌گیری نیستند، به کار می‌رود. این مواد سازنده در بعضی موارد ممکن است با محلول-های قوی اسید یا باز که در تجزیه گریس به کار برده می‌شود وارد واکنش شود.

۳-۱ این روش‌ها به ترتیب عبارتند از:

اندازه‌گیری مقدار خاکستر	بندهای ۶ تا ۶-۵
اندازه‌گیری مقدار مواد نامحلول، صابون، چربی، روغن نفتی و مواد صابونی نشدنی	بندهای ۷ تا ۷-۱-۲-۱
اندازه‌گیری اسید آزاد و قلیایی آزاد	بندهای ۷-۱-۳ تا ۳-۳-۱-۷
اندازه‌گیری آب	بند ۷-۱-۴
گلیسیرین (کمی)	بندهای ۷-۱-۵ تا ۵-۵-۱-۷

### ۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می‌شود.

در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن موردنظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها موردنظر است.



استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

- ۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۳۴۰، آزمون گرانروی مایعات شفاف و تیره (محاسبه گرانروی دینامیک)
- ۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۰۹، فرآورده های نفتی و روان کننده ها - اندازه گیری نفوذ مخروط در گریس های روان کننده و پترولاتوم - روش آزمون
- ۳-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۱۰، نفت خام و نفت کوره - تعیین رسوب به روش استخراج - روش آزمون
- ۴-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸، آب مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه - ویژگی ها و روش های آزمون
- ۵-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۴۰۸۱، فرآورده های نفتی و مواد قیری - تعیین آب به روش تقطیر - روش آزمون
- ۶-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۹۴۰۲، مایعات آلی فرار - محدوده تقطیر - روش آزمون
- ۷-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۲۹۳۲، فرآورده های نفتی - تعیین رنگ سیبالت (روش رنگ سنج سیبالت)

- 2-8 ASTM D804, Terminology Relating to Naval Stores, Including Tall Oil and Related Products
- 2-9 ASTM D1353, Test Method for Nonvolatile Matter in Volatile Solvents for Use in Paint, Varnish, Lacquer, and Related Products

### ۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می رود:

۱-۳

#### آسفالت<sup>۱</sup>

ماده چسبنده ای به رنگ قهوه ای تیره تا سیاه که قسمت عمده آن قیرها می باشند.

یادآوری - آسفالت یک فرآورده طبیعی یا ماده به دست آمده از پالایش نفت می باشد.

۲-۳

#### زفت (قطران) شمعی<sup>۲</sup>

محصولات فرعی جامد یا قیر اندود به رنگ قهوه ای تیره تا سیاه که از ساخت صابون و شمع، تصفیه روغن نباتی، تصفیه چربی پشم یا تصفیه چربی های حیوانات باقی می ماند.

---

1- Asphalt  
2- Candle pitch

۳-۳

### گریس ظرف<sup>۱</sup>

هر نوع گریس روان کننده دارای خواص فیزیکی از قبیل استحکام و بافت، مناسب برای استفاده در ظروف روان کننده فتردار یا پیچدار.

یادآوری- گریس‌های ظرف به طور عمده، گریس‌های با پایه کلسیم نمره NLGI ۳ یا NLGI ۴ می‌باشند، اما انواع دیگر گریس به غیر از کلسیم نیز استفاده می‌شوند.

۴-۳

### چربی زدا<sup>۲</sup> (چربی پشم، گریس پشم و موم پشم)

مواد چربی مانندی که عمدتاً استرول‌ها، دیگر الکل‌های بالاتر و اسیدهای چربی می‌باشند و از استخراج حلالی پشم گوسفند به دست می‌آیند.

۵-۳

### قلیایی آزاد<sup>۳</sup>

در گریس روان کننده، مواد بازی (قلیایی) واکنش نداده موجود در فرآورده می‌باشند.

یادآوری- در بسیاری از گریس‌ها برای اطمینان از کامل شدن صابونی شدن از مقدار اضافی قلیا استفاده می‌کنند. قلیایی آزاد با اسیدی کردن آزمون‌های که با حلال رقیق شده و تیتراسیون برگشتی با پتاسیم هیدروکسید الکلی استاندارد شده، تعیین می‌شود. قلیایی آزاد بر حسب قلیائیت غالب و درصد جرمی کل ترکیب گریس بیان می‌شود (برای مثال، درصد جرمی هیدروکسید لیتیم).

۶-۳

### اسید چرب آزاد<sup>۴</sup>

در گریس روان کننده، اسید(های) کربوکسیلیک واکنش نداده موجود در فرآورده می‌باشند.

یادآوری- بسیاری از گریس‌ها برای اطمینان از فرآورده غیر قلیایی با مقدار بیشتری کربوکسیلیک اسید ساخته می‌شوند. اسید چرب آزاد با خنثی نمودن آزمون رقیق شده با حلال به وسیله هیدروکسید پتاسیم الکلی استاندارد، تعیین می‌شود. صرفنظر از ترکیب واقعی اسید(های) کربوکسیلیک، اسید چرب آزاد بر حسب اولئیک اسید آزاد و درصد جرمی کل ترکیب گریس بیان می‌شود.

- 
- 1- Cup grease
  - 2- Degras
  - 3- Free alkali
  - 4- Free fatty acid

۷-۳

### مواد نامحلول<sup>۱</sup>

در تجزیه گریس‌های روان‌کننده، مواد باقی‌مانده پس از هیدرولیز اسیدی، استخراج آبی و استخراج حلال از گریس تغلیظ شده با صابون می‌باشند.

یادآوری- مواد نامحلول شامل فرآورده‌هایی از قبیل گرافیت، دی‌سولفید مولیبدنیم، پلیمرهای نامحلول و غیره می‌باشند.

۸-۳

### گریس روان‌کننده<sup>۲</sup>

فرآورده‌ای نیمه سیال تا جامد است که از پراکندگی عامل سفت‌کننده در روان‌کننده مایع حاصل می‌شود.

یادآوری- اصطلاح روان‌کنندگی همیشه باید استفاده شود. استفاده از اصطلاح گریس بدون توصیف آن، به فرآورده‌های مختلفی مانند چربی‌های حیوانی فرآوری شده یا طبیعی از قبیل پیه، چربی خوک و غیره اشاره می‌کند.

۹-۳

### گریس روان‌کننده چند پایه<sup>۳</sup>

توصیف سامانه عامل سفت‌کننده متشکل از صابون‌های دو فلز می‌باشد.

یادآوری- اگر چه گریس مخلوط را می‌توان با صابون‌هایی بیش از دو فلز ساخت، اما در عمل به ندرت با چنین ساختاری مواجه خواهیم شد. همه صابون‌ها به عوامل سفت‌کننده نیاز ندارند، اگر چه که جزء سازنده عمده صابون قادر به تشکیل ساختار گریس روان‌کننده خواهد بود. از آنجا که صابون‌های مخلوط به ندرت در مقادیر مساوی وجود خواهند داشت، صابون غالب (با مقدار بیشتر) مقدم شناخته می‌شود.

۱۰-۳

### موم سخت معدنی<sup>۴</sup>

مواد موم ماندنی که عمدتاً دارای مونتانیک اسید و استر آن، الکل‌های آلیفاتیک بالاتر و رزین‌های به دست آمده توسط استخراج با حلال از لیگنیت می‌باشند.

۱۱-۳

### عدد خنثی‌سازی<sup>۵</sup>

عدد خنثی‌سازی روغن نفتی، مقدار اسید یا باز موردنیاز جهت تیتراسیون تا خنثی شدن بوده و بر حسب میلی گرم‌های معادل هیدروکسید پتاسیم در گرم نمونه بیان می‌شود.

- 
- 1- Insolubles
  - 2- Lubricating grease
  - 3- Mixed base lubricating grease
  - 4- Montan wax
  - 5- Neutralization number

۱۲-۳

<sup>۱</sup> NLGI

موسسه ملی گریس روان کننده است.

۱۳-۳

عدد NLGI<sup>۲</sup>

مقیاس عددی برای طبقه بندی گستره استحکام گریس های روان کننده که بر اساس استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۰۹ به دست می آید.

۱۴-۳

عامل سفت کننده غیر صابونی<sup>۳</sup> (سنتزی، معدنی و آلی)

در گریس روان کننده، هر یک از مواد سنتزی، به استثنای صابون های فلزی که می توانند به صورت حرارتی یا مکانیکی در روان کننده های مایع پراکنده شوند تا ساختار گریس روان کننده تشکیل شود.

۱۵-۳

پسمانده تقطیر<sup>۴</sup>

فراورده نیمه مایع یا مایع به دست آمده به عنوان باقی مانده حاصل از تقطیر نفت که عمدتاً شامل هیدروکربن های آسفالتی (هیدروکربن های قیر مایه) می باشند.

یادآوری- پسمانده تقطیر همچنین به عنوان روغن آسفالتیک<sup>۵</sup>، روغن آسفالتوم<sup>۶</sup>، آسفالت مایع<sup>۷</sup>، روغن سیاه<sup>۸</sup>، پسماندهای نفتی<sup>۹</sup> و روغن باقیمانده<sup>۱۰</sup> شناخته می شوند.

۱۶-۳

روغن روزین<sup>۱۱</sup>

مایع روغنی ویسکوز که به عنوان محصول میعان هنگامی که باقیمانده (روزین) حاصل از تولید ترانتین در معرض تقطیر مخرب خشک قرار می گیرد، به دست می آید.

یادآوری- روغن روزین، همچنین جهت توصیف روغن های ترکیبی با دارا بودن پایه روزین استفاده می شود.

---

1- National Lubricating Grease Institute

2- NLGI number

3- Non-soap thickener

4- Residuum

5- Asphaltic oil

6- Asphaltum oil

7- Liquid asphalt

8- Black oil

9- Petroleum tailings

10- Residual oil

11- Rosin oil

۱۷-۳

### صابونی شدن<sup>۱</sup>

برهمکنش بین چربی‌ها، اسیدهای چرب یا استرها (عمدتاً با یک قلیا) جهت تشکیل نمک فلزی که به طور معمول صابون نامیده می‌شود.

یادآوری- محلول سفت‌کننده صابونی اغلب به وسیله صابون‌سازی درجا در گریس روان‌کننده پایه روغنی ساخته می‌شوند. با این حال، استفاده از صابون‌های از قبل تشکیل شده نیز متداول می‌باشد. پراکندگی توسط وسایل مکانیکی و به طور معمول با حرارت انجام می‌شود.

۱۸-۳

### تک پایه<sup>۲</sup>

در گریس روان‌کننده به یک عامل سفت‌کننده‌ای متشکل از صابون‌هایی فقط با یک فلز اشاره می‌کند.

۱۹-۳

### صابون<sup>۳</sup>

در گریس روان‌کننده، فراورده‌ای که در فرایند صابونی شدن (خنثی شدن) چربی‌ها، اسیدهای چرب یا استرها توسط بازهای معدنی تشکیل می‌شود.

۲۰-۳

### دستگاه سوکسله<sup>۴</sup>

وسیله‌ای به طور معمول شیشه‌ای است که جهت استخراج مواد قابل حل از مخلوط مواد قابل انحلال و غیر قابل انحلال (که به طور معمول جامد می‌باشد) با عبور یک حلال فرار از نمونه و چرخش مجدد حلال با رفلاکس استفاده می‌شود.

۲۱-۳

### قطران<sup>۵</sup>

ماده‌ای به رنگ قهوه‌ای یا سیاه، قیر مانند، مایع یا نیمه جامد، متشکل از قیرهایی است که در فرایند پالایش زغال سنگ، نفت، نفت سنگ رس، چوب یا دیگر مواد ارگانیک تغلیظ می‌شوند.

- 
- 1- Saponification
  - 2- Single base
  - 3- Soap
  - 4- Soxhlet apparatus
  - 5- Tar

### عامل سفت کننده<sup>۱</sup>

در گریس‌های روان کننده، ترکیبی متشکل از ذرات جامد خیلی ریز مجزاست که پس از پراکنده شدن در روان کننده مایع، ساختار محصول را ایجاد می‌کند.

یادآوری- عوامل سفت کننده می‌توانند به صورت الیافی (مانند صابون‌های فلزی مختلف)، صفحه‌ای یا کروی (مانند برخی سفت کننده‌های غیرصابونی) باشند. این ترکیبات در مایعات روان کننده، نامحلول یا بسیار کم محلول بوده و به طور کلی ذرات جامد بسیار کوچکی هستند که به طور یکنواخت پراکنده شده و قادر به تشکیل ساختار پایدار و ژله مانند با مایعات روان کننده می‌باشند.

### انگشتانه<sup>۲</sup>

در دستگاه سوکسله، استوانه متخلخل با انتهای بسته جهت نگه‌داری مواد مورد استخراج می‌باشد. انگشتانه به طور معمول از کاغذ صافی ضخیم ساخته می‌شود، اما در برخی مواقع به جای کاغذ صافی از سرامیک ساخته می‌شود.

### کل اجزاء سازنده سیال<sup>۳</sup>

در تجزیه گریس روان کننده، مواد قابل انحلال در هگزان نرمال از نمونه گریس روان کننده استخراج می‌شود. یادآوری- این مواد به طور کلی شامل روغن نفتی، سیال غیر نفتی، چربی‌های قابل حل و افزودنی‌های قابل حل می‌باشند.

### کل مواد نامحلول در هگزان نرمال<sup>۴</sup>

در تجزیه گریس روان کننده، قسمتی از گریس (به استثنای قلیایی آزاد) است که در هگزان نرمال، نامحلول می‌باشد.

یادآوری- این مواد به طور کلی شامل عوامل سفت کننده، پرکننده‌ها، نمک‌های معدنی، آسفالتن‌ها یا هر ترکیبی از این مواد (شامل مواد نامحلول است که در تجزیه گریس‌های آلوده وجود دارد) می‌باشد. مقدار قلیایی آزاد به طور کلی ناچیز می‌باشد.

---

1- Thickener  
2- Thimble  
3- Total fluid constituent  
4- Total n-hexane-insoluble material

مواد صابونی نشدنی<sup>۱</sup>

در گریس روان کننده، مواد آلی اضافه شده یا همراه با مواد چربی که در طی فرایند صابونی شدن واکنشی نمی‌دهند.

## ۴ مواد و/یا واکنشگرها

۱-۴ **خلوص مواد شیمیایی**، 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.

۲-۴ **آب**، در طول تجزیه، به غیر از موارد مشخص شده، از آب درجه ۳ مطابق با ویژگی‌های استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ استفاده شود.

۳-۴ **استن**، (هشدار- به شدت قابل اشتعال است و بخارات آن ممکن است سبب شعله‌ور شدن آتش شود).

۴-۴ **الکل (۵۰٪)**، باید از اتانول ۹۵٪ یا الکل تقلیبی (هشدار- قابل اشتعال و سمی است) که با NaOH، تقطیر شده و با NaOH یا KOH در مجاورت فنل فتالئین به عنوان شناساگر خنثی شده است، تهیه شود (هشدار- علاوه بر اقدامات احتیاطی دیگر، از تماس با پوست یا بلعیده شدن، اجتناب شود). این الکل را با حجم مساوی از آب رقیق کنید.

۵-۴ **آمونیم کربنات**،  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ ، (هشدار- در صورت بلعیده شدن، خطرناک است).

۶-۴ **شناساگر زرد کره‌ای<sup>۲</sup>** (۰٫۰۲ g/ml)، محلول تولوئنی (هشدار- قابل اشتعال است و بخارات آن مضر می‌باشد) پارا- دی متیل آمینو آزو بنزن<sup>۳</sup> (هشدار- سرطان‌زا است. علاوه بر اقدامات احتیاطی دیگر، از تماس با پوست یا بلعیده شدن، اجتناب شود).

۷-۴ **t- بوتیل الکل**، با نقطه ذوب  $24^\circ\text{C}$  تا  $25,5^\circ\text{C}$  (هشدار- مایع قابل اشتعال است و باعث ایجاد سوزش چشم می‌شود).

۸-۴ **کربن دی‌سولفید**،  $\text{CS}_2$ ، (هشدار- به شدت قابل اشتعال و سمی است. بخارات آن ممکن است سبب ایجاد آتش شود. دارای بخارات مضر است. با قابلیت خود اشتعالی در دمای  $100^\circ\text{C}$  یا بالاتر. در صورت بلعیده شدن، مضر یا کشنده است. ممکن است از طریق پوست جذب شود).

۹-۴ **اتیل اتر**، (هشدار- به شدت قابل اشتعال است و در صورت استنشاق مضر می‌باشد. ممکن است سبب ایجاد آسیب به چشم شود. اثرات آن ممکن است با تاخیر مشاهده شوند. اتیل اتر ممکن است تشکیل پراکسیدهای قابل انفجار دهد. بخارات آن ممکن است باعث سبب ایجاد آتش شود. سمی و تحریک کننده پوست است).

1- Unsaponifiable matter  
2- Butter Yellow Indicator  
3- P-dimethylaminoazobenzene

۱۰-۴ n-هگزان، با درجه خلوص بالا، مطابق با الزامات جدول ۱ (هشدار- به شدت قابل اشتعال است و در صورت استنشاق مضر می‌باشد. ممکن است سبب آسیب به سلول‌های عصبی شود. بخارات آن ممکن است سبب شعله‌ور شدن آتش شود).

۱۱-۴ هیدروکلریک اسید (۳۷٪)، اسید غلیظ (HCl)، (هشدار- سمی و خورنده است. در صورت بلعیده شدن، ممکن است کشنده باشد. مایع و بخارات آن باعث سوختگی‌های شدید می‌شود. در صورت استنشاق مضر است).

۱۲-۴ هیدروکلریک اسید، محلول استاندارد ۰٫۵ N، محلول ۰٫۵ N HCl را آماده و استاندارد کنید.

۱۳-۴ هیدروکلریک اسید (۱۰٪)، محلول حاوی ۱۰٪ وزنی HCl غلیظ در آب) با رواداری مجاز ۰٫۵٪

۱۴-۴ هیدروکلریک اسید (۱:۳)، یک حجم هیدروکلریک اسید غلیظ (۳۷٪ HCl) را با سه حجم آب مخلوط کنید.

۱۵-۴ محلول شناساگر متیل رد، (هشدار- قابل اشتعال است و از تماس با پوست یا بلعیده شدن، اجتناب شود).

۱۶-۴ نیتریک اسید (۱:۴)، یک حجم نیتریک اسید غلیظ (۷۰٪) را با چهار حجم آب مخلوط کنید. (هشدار- سمی، خورنده و اکسیدکننده قوی است. تماس با مواد آلی ممکن است سبب آتش‌سوزی شود. در صورت بلعیده شدن مضر است. مایع و بخارات آن ممکن است سبب ایجاد سوختگی‌های شدید شود).

۱۷-۴ محلول شناساگر فنل فتالئین، محلول فنل فتالئین با حل کردن ۱٫۰ g فنل فتالئین (هشدار- علاوه بر اقدامات احتیاطی دیگر، از تماس با پوست یا بلعیده شدن، اجتناب شود) در ۵۰ ml الکل تقطیر شده (بند ۴-۴) با اضافه کردن ۵ ml آب و خنثی‌سازی با NaOH یا KOH باید تهیه شود.

۱۸-۴ پتاسیم هیدروژن سولفات،  $KHSO_4$ ، (هشدار- سمی و در صورت بلعیده شدن، مضر یا کشنده است. سبب سوزش چشم، تحریک یا جراحت پوست می‌گردد. گرد و غبار آن ممکن است مضر باشد).

۱۹-۴ پتاسیم هیدروکسید، KOH، محلول الکلی ۰٫۵ N، این محلول را تهیه و استاندارد کنید (هشدار- سمی است و سبب آسیب به چشم و پوست می‌شود).

۲۰-۴ پتاسیم پریدات،  $KIO_4$ ، (هشدار- تحریک کننده پوست و چشم می‌باشد و ممکن است به شدت با عوامل کاهنده واکنش می‌دهد).

۲۱-۴ سدیم کربنات،  $Na_2CO_3$ ، (هشدار- در صورت بلعیده شدن، مضر است. باعث تحریک پوست می‌شود).

۲۲-۴ سدیم هیدروکسید (۲۴۰ g/l)، مقدار ۲۴۰ g سدیم هیدروکسید (NaOH) (هشدار- سمی است و سبب آسیب به چشم و پوست می‌گردد) را در آب حل کرده و به حجم یک لیتر برسانید.

۲۳-۴ محلول سدیم هیدروکسید (۰٫۱۰۵ N)، محلول سدیم هیدروکسید ۰٫۱۰۵ N را آماده و استاندارد کنید.

۲۴-۴ سولفوریک اسید (۱+۴)، به دقت یک حجم سولفوریک اسید غلیظ (۹۵٪) را با چهار حجم آب مخلوط کنید (هشدار- سمی، خورنده و اکسیدکننده قوی است. در تماس با مواد آلی سبب آتش‌سوزی می‌شود. در صورت بلعیده شدن، ممکن است کشنده باشد. مایع و بخارات آن باعث سوختگی‌های شدید می‌شود. در صورت استنشاق، مضر است. در اثر تماس با آب مقدار زیادی حرارت را آزاد می‌کند).

۲۵-۴ سولفوریک اسید (۳+۲۰)، به دقت ۳ ml سولفوریک اسید غلیظ (۹۵٪) را با ۲۰ ml آب مخلوط کنید.

۲۶-۴ تولوئن، (هشدار- قابل اشتعال و دارای بخارات مضر است).



## ۵ نمونه

۱-۵ مقدار نمونه برای اندازه‌گیری صابون (روش‌های ۱ و ۲ برای اندازه‌گیری مواد نامحلول، صابون، چربی، روغن نفتی و مواد صابونی نشدنی)، بر حسب استحکام گریس که معمولاً بر اساس درصد صابون موجود در گریس مشخص می‌شود، باید در حدود ۸ g تا ۳۰ g باشد. معمولاً برای گریس‌های ظرف نمره ۳ مقدار مناسب نمونه در حدود ۱۰ g تا ۲۰ g است، در صورتیکه مقدار نمونه برای گریس‌های نرم‌تر بیشتر است. نمونه اصلی باید به خوبی هم زده شود تا مخلوط یکنواختی به دست آید.

۲-۵ توزین نمونه‌ها با تقریب بیش از ۰٫۱ g ضروری نیست.

### جدول ۱- ویژگی‌های فیزیکی n- هگزان

آزمون	ویژگی	استاندارد الف
نقطه جوش اولیه، حداقل، °C	۶۶٫۱	ملی ایران شماره ۹۴۰۲
نقطه خشکی، حداکثر، °C	۶۸٫۹	ملی ایران شماره ۹۴۰۲
مواد غیرفرار، حداکثر، ml/g	۰٫۰۰۱	ASTM D 1353
رنگ، سیبلیت	+۳۰	ملی ایران شماره ۲۹۳۲
واکنش با قلیایی‌ها	الف	.....

یادآوری- ۱۲۵ ml از n- هگزان را با ۱۰ ml محلول KOH الکلی ۰٫۵ نرمال و ۵۰ ml الکل ۵۰٪ خنثی به مدت ۱٫۵ ساعت بر روی صفحه داغ بجوشانید. از یک لوله شیشه‌ای با قطر داخلی ۷ mm و طول ۷۵۰ mm به عنوان چگالنده بازگشتی استفاده کنید. پس از سرد شدن، محلول را با هیدروکلریک اسید ۰٫۵ نرمال و با استفاده از فنل فتالین به عنوان شناساگر تیترا کنید. حجم بیش از ۹٫۸ ml هیدروکلریک اسید ۰٫۵ نرمال برای خنثی‌سازی موردنیاز می‌باشد. مقدار قلیایی مصرف شده در این روش از ازمون را باید از تصحیح شاهد در تعیین چربی بر روی محلول E (به شکل ۱ مراجعه کنید) کسر نمود.

## ۶ تعیین خاکستر

### ۱-۶ اصول کلی

درصد خاکستر نباید در مقدار کل مواد مورد تجزیه منظور شود.

یادآوری- اندازه‌گیری مقدار کل خاکستر نباید مهم تلقی شود، اما در پاره‌ای از موارد اندازه‌گیری آن لازم است. به دلیل واکنش بین  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  که از صابون مشتق شده است و مواد نامحلول معدنی دیگر، نتیجه اندازه‌گیری خاکستر رضایتبخش نمی‌باشد. به سبب حرارت‌دهی طولانی برای سوزاندن کربن، احتمال واکنش بین بوت‌ه چینی و خاکستر همیشه وجود دارد. همچنین اگر مقدار بیشتری  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  یا  $\text{K}_2\text{CO}_3$  در خاکستر موجود باشد، خاکستر قابل ذوب بوده و اغلب مقداری کربن در آن محبوس شده و خروج آن مشکل می‌شود. وجود اکسیدهای قابل احیا مربوط به فلزات فرار اغلب سبب کم شدن مقدار خاکستر می‌شود. همچنین، از تبدیل کامل  $\text{CaCO}_3$  در اثر حرارت به  $\text{CaO}$  نمی‌توان مطمئن بود. اندازه‌گیری خاکستر بر روی نمونه‌های مشابه در آزمایشگاه‌های مختلف متفاوت می‌باشد.

## ۲-۶ روش آزمون سریع متداول

مقدار ۲ g تا ۵ g نمونه گریس را در یک بوته چینی وزن شده با تقریب ۰٫۱ g وزن کنید. در صورتی که عدم وجود صابون سرب یا روی در نمونه محرز باشد، بوته پلاتینی مناسب‌تر است. ابتدا مواد قابل احتراق را به آرامی بسوزانید و سپس باقیمانده را مشتعل کنید تا خاکستر مربوطه عاری از مواد کربنی شود. بوته و محتویات آن را در یک خشکانه (رطوبت‌گیر) خنک کرده و توزین کنید. نتیجه را بر حسب درصد خاکستر گزارش دهید.

## ۳-۶ روش آزمون جایگزین

نمونه را تا زمانی که خاکستر عاری از کربن شود، مطابق بند ۲-۶ بسوزانید. بوته و محتویات آن را خنک کرده و کمی آب به آن بیافزایید تا مواد قابل حل آن حل شود. دهانه بوته را با یک شیشه ساعت کوچک پوشانده و با یک پیپت کوچک مقداری سولفوریک اسید (۱+۴) از زیر سرپوش در داخل بوته بریزید. بوته و محتویات آن را بر روی حمام بخار گرم کنید تا جوشش محلول متوقف شود. شیشه ساعت را شسته، بطوریکه آب شستشو به داخل بوته ریخته شود. محلول در مجاورت متیل رد باید اسیدی باشد. محتویات بوته را تا حد خشک شدن تبخیر کنید. برای خارج کردن انیدرید سولفوریک ( $SO_3$ ) اضافی، با افزایش چند تکه کوچک  $(NH_4)_2CO_3$  خشک نمونه را در حرارت قرمز کم بسوزانید. پس از خنک کردن و توزین بوته، نتایج را بر حسب درصد خاکستر بر حسب سولفات گزارش کنید.

یادآوری- این روش نسبت به روش سریع روزمره (بند ۲-۶) دارای نتیجه بهتری است، ولی نیاز به وقت و کار بیشتری دارد.

## ۴-۶ بررسی کیفی

۱-۴-۶ یک خاکستر که به آسانی ذوب می‌شود به طور کامل در آب حل شده و یک محلول شدیداً قلیایی قوی می‌دهد که نشان می‌دهد گریس حاوی سدیم و پتاسیم یا هر دو آن‌ها است. لیتیم با خاکستر سفید غیرقابل ذوب که به آسانی در آب حل شده و محلول قلیایی قوی می‌دهد، مشخص می‌شود. خاکستر سفید غیرقابل ذوب که عملاً در آب نامحلول بوده و آن را اندکی قلیایی می‌کند، ممکن است معرف وجود کلسیم به تنهایی یا همراه با منیزیم یا آلومینیوم باشد. رنگ زرد خاکستر داغ، معرف وجود روی است و به وجود آمدن ذرات فلزی یا رنگ زرد خاکستر سرد، ممکن است معرف وجود سرب باشد.

۲-۴-۶ خاکستر را در اسید نیتریک (۱+۴) یا اسید کلریدریک (۱+۳) حل کنید و وجود بازهای مختلف گریس را از طریق آزمایش‌های مناسب استاندارد شیمیایی دنبال کنید.

## ۵-۶ بررسی کمی

اطلاعاتی که از تجزیه کیفی خاکستر به دست می‌آید، می‌تواند مبنای انتخاب روش استاندارد تجزیه کمی خاکستر باشد. اگر فقط یک باز موجود باشد، تجزیه کمی معمولاً لازم نیست.

## ۷ تعیین مواد نامحلول، صابون، چربی، روغن نفتی و مواد صابونی نشدنی

### ۱-۷ انتخاب روش آزمون

برای آزمون گریس‌هایی که دارای باقیمانده، روغن‌های آسفالتی، قیر و قطران است از روش II استفاده کنید، زیرا معمولاً مواد مذکور در اثر همزدن شدید در آغاز آزمون ایجاد امولسیون پایداری می‌کند. گریس‌های نوع دیگر را با استفاده از روش I آزمون کنید.

### ۱-۱-۷ روش آزمون I

#### ۱-۱-۱-۷ مواد نامحلول

در صورتی که مواد نامحلول وجود داشته باشد (به یادآوری ۱ مراجعه کنید) نمونه را در یک بشر کوچک وزن کنید. ۵۰ ml کلریدریک اسید (۱۰٪) به آن اضافه کنید. بشر را بر روی حمام بخار حرارت دهید. محتویات بشر را هم بزنید تا تمام تکه‌های صابون از بین رفته و لایه بالایی شفاف شود. در صورتی که مواد معدنی حل نشده یا مواد نامحلول دیگری وجود داشته باشد، هر دو لایه را در حالیکه گرم است از یک بوتله کوچک وزن شده که دارای لایه صاف‌کننده مناسبی است عبور دهید. بشر و بوتله را به ترتیب با آب گرم (۶۰°C تا ۶۳°C)، آب (به یادآوری ۲ مراجعه کنید)، n-هگزان شستشو داده و در نهایت بوتله را به تنهایی با الکل بشوید. محلول الکلی حاصل از شستشوی بوتله را به طور جداگانه جمع کرده و دور بریزید. بوتله و محتویات آن را در دمای ۱۲۰°C خشک کرده و پس از خنک شدن وزن کنید. نتایج را بر حسب درصد مواد نامحلول (گرافیت، سولفید مولیبدن و غیره) گزارش کنید.

یادآوری ۱- در صورتی که مواد نامحلول وجود نداشته باشد، دستور کار بند ۱-۱-۱-۷ را حذف کنید.

یادآوری ۲- واژه "گرم" که در کلیه روش‌ها به کار رفته است، دمایی بین ۶۰°C تا ۶۳°C است.

### ۲-۱-۱-۷ صابون

۱-۲-۱-۱-۷ در صورتیکه مواد نامحلول وجود نداشته باشند، برای تجزیه گریس از روش دو فازی مذکور در بند ۲-۲-۱-۱-۷ یا از روش تک فازی شرح داده شده در بند ۳-۲-۱-۱-۷ استفاده کنید. در هر دو مورد، اگر محتویات ارلن مایر یا بشر به صورت مایع باقی بماند، از بند ۴-۲-۱-۱-۷ پیروی کنید. در صورتی که محلول سفت شده است یا در روش بند ۲-۲-۱-۱-۷ ذرات جامدی تشکیل گردید، از دستور کار بند ۱-۷-۱-۲-۵ پیروی کنید.

۲-۲-۱-۱-۷ نمونه گریس را در یک ارلن مایر ۲۵۰ ml یا ۵۰۰ ml وزن کنید (به بند ۵ مراجعه کنید). نمونه را در کف ارلن مایر پخش کنید. به ترتیب ۲۰ ml، n-هگزان و ۵۰ ml هیدروکلریک اسید (۱۰٪) و چند تکه سنگ جوش در ارلن مایر بریزید. ارلن مایر را به یک خنک کن بطور عمودی وصل کرده و آن را حرارت دهید تا نمونه به طور کامل تجزیه شود. تشکیل لایه روغنی شفاف نشانه تجزیه کامل نمونه است. به طور کلی سه ساعت حرارت دادن برای تجزیه کامل نمونه کافی است، اما برای تجزیه کامل گریس‌هایی که به سختی تجزیه می‌شوند، استفاده از محلول هیدروکلریک اسید غلیظ‌تر و با افزایش مقدار بیشتری از n-هگزان یا جوشاندن شدید محلول لازم خواهد بود. اجازه دهید محتویات ارلن به دمای محیط برسد.

۳-۲-۱-۱-۷ نمونه گریس (به بند ۵ مراجعه کنید) را در یک بشر ۲۵۰ ml وزن کنید. یک میله همزن مغناطیسی با روکش تترا فلورو اتیلن- فلورو کرین در بشر بیاندازید. به ترتیب ۵۰ ml، t- بوتیل الکل، ۵۰ ml، n- هگزان، دو قطره شناساگر زرد کره‌ای و ۲ ml هیدروکلریک اسید (۳۷٪) را در بشر بریزید. در مورد گریس‌های سنگین، به جای n- هگزان مجاز است، ۵۰ ml تولوئن به کار برید. توجه داشته باشید در صورتیکه دما در حدود ۲۴°C تا ۲۷°C یا پائین تر باشد، t- بوتیل الکل جامد می‌شود. بشر و محتویات آن را بر روی یک صفحه داغ<sup>۱</sup>، مجهز به همزن مغناطیسی قرار دهید. محتویات بشر را به طریق مغناطیسی هم بزنید. تکه‌های بزرگ گریس را با میله شیشه‌ای به ذرات کوچک‌تر تبدیل کنید و از جوشیدن محتویات ارلن جلوگیری کنید. در صورتی که رنگ شناساگر زرد شود، هر بار ۱ ml هیدروکلریک اسید غلیظ (۳۷٪) بیافزایید تا رنگ شناساگر قرمز پایدار بماند. حرارت دادن و همزدن را تا حل شدن گریس که نشانه تجزیه کامل آن است، ادامه دهید. برای اغلب گریس‌ها، حرارت دادن به مدت ۱۰ دقیقه تا ۱۵ دقیقه کافی است. ظاهر شدن هرگونه رسوب نمک‌های معدنی اهمیتی ندارد. اجازه دهید محتویات ارلن به دمای محیط برسد.

۴-۲-۱-۱-۷ محتویات بشر یا ارلن مایر را با استفاده از n- هگزان و آب به یک قیف جداکننده منتقل کنید. اجازه دهید این محلول (یا مجموعه صاف شده و محلول‌های شستشو، به استثنای مایع شستشوی الکلی، حاصله از تعیین مواد نامحلول، بند ۷-۱-۱-۱، که به یک قیف جدا کننده منتقل شده است) صاف شود. لایه آبکی، A، را که حاوی کلیه پایه‌های گریس و همچنین گلیسرین است به قیف جداکننده دیگری منتقل کنید. لایه n- هگزان، B، را سه دفعه هر بار با ۲۵ ml آب به منظور جدا کردن هیدروکلریک اسید شستشو دهید. مایع شستشو را به محلول آبکی، A، اضافه کنید. محلول آبکی، A، را در دو دفعه هر بار با ۲۰ ml n- هگزان، C، شستشو دهید و سپس محلول A را برای آزمون گلیسرین (بند ۷-۱-۱-۳) کنار بگذارید. محلول C را یک بار با ۱۵ ml آب شستشو دهید، مایع شستشو را دور بریزید. محلول C را به محلول B بیافزایید. در صورتی که محلول‌های B و C تا حدودی رنگ روشنی داشته باشند، با تیتراسیون محلول در قیف جدا کننده به وسیله محلول ۰٫۵ N KOH الکلی در مجاورت فنل فتالین به عنوان شناساگر و با استفاده از عدد ۲۰۰ به عنوان عدد متوسط خنثی شدن اسید چرب (یعنی ۱ g اسید چرب با ۲۰۰ mg KOH خنثی می‌شود) یک اندازه‌گیری تقریبی از اسیدهای چرب آزاد و اسیدهای چرب مربوط به صابون را انجام دهید. در صورتی که محلول‌های B و C تیره رنگ باشند، چند قطره محلول فنل فتالین و به مقدار کافی محلول ۰٫۵ N KOH الکلی به آن بیافزائید، به طوریکه لایه الکلی پس از تکان دادن شدید به طور آشکار قلیایی شود.

یادآوری- محلول‌های مرجع با حروف بزرگ در شکل ۱ ارائه شده است.

۵-۲-۱-۱-۷ محتویات ارلن یا بشر را تا حدود ۶۳°C حرارت دهید. محلول را با استفاده از n- هگزان و آب گرم به عنوان مایعات شستشو به یک قیف جداکننده گرم شده منتقل کنید. (هشدار- به یادآوری مراجعه کنید). اجازه دهید تا این محلول شفاف شود. لایه آبکی، A، را که حاوی کلیه پایه‌های گریس و گلیسرین است، به قیف جداکننده دیگری منتقل کنید. لایه n- هگزان، B، را سه دفعه هر بار با ۲۵ ml آب گرم به

1- Hot plate

منظور خارج کردن هیدروکلریک اسید شستشو دهید. این محلول شستشو را به A بیافزائید و محلول آبکی، A، را دو مرتبه هر بار با ۲۰ ml، n-هگزان گرم، C، شستشو دهید. سپس محلول A را برای آزمون گلیسرین کنار بگذارید (به بند ۷-۱-۱-۳ مراجعه کنید). محلول C را یکبار با ۱۵ ml آب گرم شستشو دهید. این مایع شستشو را می‌توانید دور بریزید. محلول C را به B اضافه کنید. در صورتی که محلول‌های B و C تا حدودی رنگ روشنی داشته باشند، با تیتراژ کردن محلول در قیف جدا کننده که دمای آن به طور تقریبی ۶۳°C است، به وسیله محلول ۰٫۵ N KOH الکلی در مجاورت فنل فتالئین به عنوان شناساگر و با استفاده از عدد ۲۰۰ به عنوان عدد متوسط خنثی شدن اسید چرب (برای خنثی شدن ۱ g اسید چرب، ۲۰۰ mg لازم است) یک اندازه‌گیری تقریبی از اسیدهای چرب مربوط به صابون را انجام دهید. در صورتی که محلول‌های B و C تیره رنگ باشند، چند قطره محلول فنل فتالئین و به مقدار کافی محلول ۰٫۵ N KOH الکلی به آن بیافزائید، به طوریکه لایه الکلی پس از تکان دادن شدید به طور آشکار قلیایی شود.

**یادآوری-** در به کار بردن n-هگزان گرم باید دقت فوق العاده به عمل آید، زیرا هنگامی که درب قیف جداکننده بسته است، در داخل قیف فشار ایجاد می‌شود. در حالیکه قیف را وارونه نگه‌داشته‌اید با بازکردن گاه بگاه شیر قیف، فشار را بر طرف کنید.

۷-۱-۱-۶ در صورتیکه محلول‌های B و C در بندهای ۷-۱-۱-۴ و ۷-۱-۱-۲-۵ تیتراژ شده باشند، ۰٫۵ ml تا ۱٫۰ ml محلول قلیایی، بیشتر از آنچه که لازم است، قبل از جدا کردن آن‌ها بیافزایید. افزایش الکل (با احتیاط) در این مرحله ممکن است به جدا شدن سریع و موثر لایه‌ها کمک کند. اجازه دهید تا محلول‌ها دقیقاً از یکدیگر جدا شوند، سپس لایه زیرین الکلی، D، را به قیف جداکننده دیگری منتقل کنید. لایه n-هگزان بالایی، E، را سه بار به ترتیب با ۳۰ ml، ۲۵ ml و ۲۰ ml الکل ۵۰٪ خنثی شستشو دهید. مایعات شستشو را به D بیافزایید. محلول D را با ۲۵ ml، n-هگزان شستشو دهید. سپس محلول را به یک بشر منتقل کنید و n-هگزان E را به آن بیافزایید. محلول D را به منظور خارج کردن الکل تبخیر کنید تا حجم آن کم شود. صابون پتاسیم باقیمانده را در یک قیف جداکننده با آب داغ شستشو دهید. محلول را با هیدروکلریک اسید، اسیدی کنید. این محلول را دو بار به ترتیب با ۲۵ ml و ۵۰ ml اتیل اتر، F، شستشو دهید. محلول F را در یک قیف جداکننده بریزید و آن را دوبار، هر بار با ۲۰ ml آب شستشو دهید. این مایع شستشو را دور بریزید. محلول F را به یک بشر وزن شده منتقل کنید و آن را تا خشک شدن کامل بر روی یک حمام بخار تبخیر کنید. باقیمانده را که شامل اسیدهای چرب آزاد و اسیدهای چرب مربوط به صابون است، برای مدت کوتاهی بر روی حمام بخار حرارت دهید. باقیمانده را با افزودن ۵ ml استن برای خارج کردن بقایای آب تا رسیدن به وزن ثابت حرارت دهید. عدد خنثی دقیق را حتی الامکان بر روی حداکثر مقدار ممکن از نمونه اسید چرب اندازه‌گیری کنید.

۷-۱-۱-۷ اسیدهای چرب را می‌توان با آزمون‌های مخصوص از قبیل بو، شکل بلور، نقطه ذوب، عدد یدی، واکنش‌های رنگی و غیره تا حدودی تشخیص داد.

۷-۱-۱-۸ در صورتی که گریس به طور قابل ملاحظه‌ای اکسید شده باشد، اسیدهای چرب حاصله از استخراج با اتیل اتر تیره رنگ بوده و شناخت آن‌ها مشکل است. برای مطالعه و شناسایی بیشتر، استخراج

مجدد اسیدهای خنثی شده به وسیله n-هگزان و هیدروکلریک اسید (۱+۳) به طور کیفی مجاز است. بدین ترتیب مقدار جزئی از مواد تیره رنگ حذف می‌شوند.

۹-۲-۱-۱-۷ در صورتی که اسید آزاد وجود داشته باشد، مقدار آن را از مقدار کل اسید چرب به دست آمده کم کرده (به بند ۷-۱-۳-۳ مراجعه کنید) و باقیمانده را بر حسب درصد صابون، مطابق با بند ۷-۱-۲-۱۰ محاسبه کنید.

#### ۱۰-۲-۱-۱-۷ محاسبات و گزارش آزمون

عدد خنثی شدن، وزن ملکولی اسیدهای چرب و درصد صابون را مطابق بندهای ۷-۱-۲-۱۰-۵ و ۷-۱-۲-۱۰-۶ محاسبه و گزارش کنید.

#### ۱-۱۰-۲-۱-۱-۷ عدد خنثی شدن اسیدهای چرب

عدد خنثی شدن اسیدهای چرب را با استفاده از معادله ۱ محاسبه کنید:

$$A = \frac{56.1 \times B \times N}{X} \quad (1)$$

که در آن:

$A$  عدد خنثی شدن اسیدهای چرب؛

$B$  مقدار محلول KOH الکلی لازم برای تیتراژ کردن محلول بر حسب میلی‌لیتر؛

$N$  نرمالیه محلول KOH؛

$X$  مقدار اسید چرب تیتراژ شده، بر حسب گرم.

#### ۲-۱۰-۲-۱-۱-۷ وزن مولکولی اسیدهای چرب

وزن مولکولی اسیدهای چرب را با استفاده از معادله ۲ محاسبه کنید:

$$M_f = \frac{56.100}{A} \quad (2)$$

که در آن:

$M_f$  وزن مولکولی متوسط اسیدهای چرب؛

$A$  عدد خنثی شدن اسیدهای چرب.

#### ۳-۱۰-۲-۱-۱-۷ مقدار صابون در گریس‌های تک پایه

مقدار صابون در گریس‌های تک پایه را بر حسب درصد با استفاده از معادله ۳ محاسبه کنید:

$$\text{درصد صابون} = \frac{M_s \times C}{M_f \times E} \quad (3)$$

که در آن:

$M_s$  وزن مولکولی متوسط صابون؛

$C$  درصد اسیدهای چرب حاصله از صابون؛

$M_f$  وزن مولکولی متوسط اسیدهای چرب حاصله از صابون؛

$E$  تعداد مول‌های اسید چرب در هر مول صابون.

#### ۷-۱-۱-۲-۱۰-۴ مقدار صابون در گریس‌های چند پایه محلول در حلال‌های آلی

در صورتی که گریس در حلال‌های آلی محلول باشد، فلزی که به طور دقیق‌تر از دو صابون موجود قابل اندازه‌گیری است و جزء محلول در حلال می‌باشد، را اندازه‌گیری کنید. (به یادآوری مراجعه کنید). سپس درصد مقدار صابونی را که این فلز، پایه آن است با استفاده از معادله ۴ محاسبه کنید:

$$\text{درصد صابون} = \frac{F \times M_s}{M_m} \quad (4)$$

که در آن:

$F$  درصد فلز اندازه‌گیری شده؛

$M_s$  وزن مولکولی متوسط صابون فلزی؛

$M_m$  وزن مولکولی فلز.

اسیدهای چرب لازم برای تشکیل این مقدار صابون نرمال را محاسبه کنید. این اسیدها را از کل اسیدهای چرب صابون کم کرده و سپس اسیدهای چرب باقیمانده صابون را نسبت به صابون فلز دوم، مطابق بند ۷-۱-۱-۲-۱۰-۳ محاسبه کنید.

یادآوری - جزء محلول را می‌توان از طریق استخراج مداوم در یک دستگاه استخراج از مواد نامحلول جدا کرد.

#### ۷-۱-۱-۲-۱۰-۵ مقدار صابون در گریس‌های چند پایه‌ای نامحلول در حلال‌های آلی

در صورتی که گریس در حلال‌های آلی نامحلول باشد، مقدار فلزی را که با دقت بیشتری قابل اندازه‌گیری است تعیین کرده و در صورتیکه مقدار این فلز نسبت به فلز دیگر بیشتر باشد، مقدار آن را از لحاظ قلیایی آزاد تصحیح کنید، سپس از بند ۷-۱-۱-۲-۱۰-۴ پیروی کنید. وجود مواد نامحلول در تجزیه چنین گریس‌هایی ممکن است مشکلاتی را ایجاد کند.

#### ۷-۱-۱-۲-۱۰-۶ مقدار صابون در گریس‌های حاوی صابون فلزات سنگین

در گریس‌هایی که دارای صابون سرب، آلومینیوم و غیره می‌باشند، به دلیل اینکه اندازه‌گیری اسیدهای چرب آزاد در مجاورت چنین صابون‌هایی به طور مستقیم مقدور نیست، لذا مقدار صابون موجود در گریس را نمی‌توان به دقت محاسبه کرد. با این وجود، با افزایش مقدار فلزی که ریشه ترکیب آلی دارد به اسیدهای چرب و اسیدهای چرب مربوط به صابون (کل اسیدهای چرب)، مقدار صابون را می‌توان به طور مطلوبی تخمین زد. در صورتیکه مقدار اسیدها بیش از مقدار لازم برای صابون نرمال فلز باشد، توصیه می‌شود که صابون نرمال فلز را از روی مقدار فلز محاسبه کرده و بقیه اسیدها را به عنوان اسیدهای اضافی گزارش کنید.

### ۳-۱-۱-۷ گلیسرین (کیفی)

جهت تعیین اینکه گریس از چربی یا اسیدهای چرب ساخته شده است، محلول A را با  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  خشک خنثی کرده و مقدار بیشتری کربنات سدیم برای رسوب دادن کلسیم یا فلزات دیگر به آن بیفزایید. سپس این محلول را تا خشک شدن کامل تبخیر کنید. گلیسرین را چندین بار با الکل از باقیمانده استخراج کنید و مجموع محلول‌های الکلی حاصله از استخراج را برای خارج کردن کامل الکل تبخیر کنید. در باقیمانده بیشترین مقدار گلیسرین با مقدار جزئی سدیم کلرید نیز ممکن است وجود داشته باشد. وجود یا عدم وجود گلیسرین در باقیمانده را می‌توان با روش‌های مناسب کیفی تایید کرد.

### ۴-۱-۱-۷ چربی

۱-۴-۱-۱-۷ محلول n-هگزان، E (به بند ۲-۱-۱-۷ مراجعه کنید) را که حاوی چربی آزاد، روغن‌های نفتی و مواد صابونی نشده است، در یک ارلن مایر ۳۰۰ ml تا حجم ۱۲۵ ml تغلیظ کنید. با افزودن دقیق ۱۰ ml محلول ۰٫۵ N KOH الکلی و ۵۰ ml الکل خنثی و با اتصال ارلن مایر به یک خنک‌کن هوایی آن را به مدت یک ساعت و نیم بر روی یک صفحه داغ بجوشانید. قلیایی ترکیب نشده را با هیدروکلریک اسید ۰٫۵ N نرمال تیترو کنید و مقدار قلیایی مصرف شده را با انجام آزمون شاهد مطابق بند ۵ تصحیح کنید. درصد چربی آزاد را با استفاده از ۱۹۵، به عنوان مقدار متوسط صابونی شدن (۱ g چربی به ۱۹۵ mg KOH برای صابونی شدن نیاز دارد) محاسبه کنید.

۲-۴-۱-۱-۷ محلول تیترو شده، G، را در یک قیف جداکننده بریزید. لایه الکلی زیرین، H را به قیف جداکننده دیگری منتقل کنید و مقدار جزئی صابون را به طوریکه برای محلول‌های B و C (بند ۲-۱-۱-۷) شرح داده شده است خارج کنید. فقط دوبار به ترتیب با ۲۰ ml تا ۳۰ ml محلول الکلی ۵۰٪، I شستشو دهید. محلول‌های H و I را مخلوط کنید و یکبار با مقدار کمی محلول n-هگزان که به محلول G افزوده شده است شستشو دهید و سپس محلول‌های H و I را تا حجم کمی تبخیر کنید و اسید چرب را به طوریکه برای D (به بند ۶-۲-۱-۱-۷ مراجعه کنید) شرح داده شده است جدا کنید. درصد چربی را با توزین و تیترو کردن اسید چرب آزاد بررسی کنید.

یادآوری- از حاصلضرب وزن اسید چرب در ۱٫۰۴۵ تقریب نزدیکی از وزن چربی که اسید آزاد از آن مشتق شده است، به دست می‌آید. این ضریب با وزن ملکولی چربی کمی تغییر می‌کند.

### ۵-۱-۱-۷ روغن نفتی

۱-۵-۱-۱-۷ محلول n-هگزان، G، را که حاوی روغن‌های نفتی و مواد صابونی نشده است، به طوریکه برای محلول F (به بند ۶-۲-۱-۱-۷ مراجعه کنید) شرح داده شده است، در یک بشر وزن شده تا خشک شدن تبخیر کرده و وزن کنید. باقیمانده را به عنوان مجموع روغن‌های نفتی و مواد صابونی نشدنی گزارش کنید. ۲-۵-۱-۱-۷ گرانروی روغن نفتی را می‌توان با استاندارد ملی ایران شماره ۳۴۰ اندازه‌گیری کرد. در صورتیکه کلیه ویژگی‌های روغن نفتی لازم باشد، یک نمونه جدید بین ۱۵۰ g تا ۲۰۰ g گریس را، مطابق بند ۱-۱-۱-۷ تجزیه کنید. کلیه مراحل عملیات کمی باید حذف شود و همچنین جدا کردن اسیدهای چرب و استفاده از محلول‌های استاندارد قلیایی و اسیدی در این مورد لازم نمی‌باشد.



۷-۱-۱-۳ در صورتیکه گریس دارای روغن روزین، موم زنبور عسل<sup>۱</sup>، چربی زدا<sup>۲</sup> و موم سخت معدنی<sup>۳</sup> یا مواد دیگری که دارای مقدار قابل ملاحظه‌ای مواد صابونی نشونده است، روغن‌های نفتی جدا شده از محلول G حاوی مواد صابونی نشونده و خواص فیزیکی متفاوتی از فرآورده‌های نفتی استفاده شده در ساخت گریس است. گرچه در اغلب موارد جدا کردن روغن‌های نفتی از مواد صابونی نشونده میسر نیست، اما آزمایشگر ماهر و با تجربه می‌تواند با ابداع روش‌های مخصوص در موارد معین جدا کردن بیشتر این مواد را میسر سازد.

## ۷-۱-۲ روش آزمون II

### ۷-۱-۲-۱ گریس‌های تیره رنگ

نمونه را در یک بوته چینی به قطر ۷۶ mm وزن کرده و ۱۰ g،  $KHSO_4$  دانه‌ای، ۱۰ g ماسه خشک و تمیز حرارت داده شده و ۵ ml آب به آن اضافه کنید. بوته و محتویات آن را در حالی که به تناوب هم زده می‌شود بر روی حمام بخار تا خارج شدن تمام آب حرارت دهید. برای این عمل معمولاً مدت زمان دو ساعت کافی می‌باشد. پس از سرد شدن، قطعات درشت را با استفاده از هاون به قطعات کوچکتر تبدیل کنید و مخلوط را به طور کمی به کارتوش استخراج که قبلاً در دستگاه استخراج سوکسله قرار داده شده منتقل کنید. برای انتقال آخرین ذرات از داخل کپسول به کارتوش از مقدار کمی n-هگزان استفاده کنید. عمل استخراج را به وسیله n-هگزان به طور کامل انجام داده و در صورت لزوم محلول استخراج شده را تغلیظ کنید. اسید چرب آزاد و اسید چرب حاصله مربوط به صابون را با محلول ۰٫۵ N KOH الکلی مانند محلول‌های B و C، مطابق بند ۷-۱-۱-۲-۴ تیترا کنید. از بندهای ۷-۱-۱-۲، ۷-۱-۱-۴ و ۷-۱-۱-۵ برای ادامه کار پیروی کنید.

### ۷-۱-۲-۱ آسفالت و مواد قطرانی

مواد محتوی کارتوش را برای بار دوم با  $CS_2$  استخراج کرده و مخلوط را با احتیاط تا خشک شدن تبخیر کنید و به مدت یک ساعت در دمای  $120^\circ C$  حرارت دهید. سپس آن را وزن کرده و نتیجه را بر حسب مواد قطرانی و آسفالتی گزارش کنید. باقیمانده موجود در کارتوش را دور بریزید.

### ۷-۱-۳ قلیایی آزاد و اسید آزاد

#### ۷-۱-۳-۱ قلیایی آزاد

مقدار ۱۰ g تا ۳۰ g نمونه گریس را در یک بشر کوچک وزن کنید. گریس را تا حد امکان به طور کامل به وسیله هم زدن با کاردک در ۷۵ ml، n-هگزان حل کنید. با به کار بردن مقدار کمی n-هگزان، محتویات بشر را به یک ارلن مایر ۲۵۰ ml منتقل کرده و سپس بشر را با ۵۰ ml الکل ۹۵٪ شستشو دهید و مایع شستشو را به داخل ارلن مایر بریزید. سپس چند قطره محلول فنل فتالئین به آن افزوده و محتویات آن را به شدت تکان دهید. در صورتی که لایه الکلی پس از چند ثانیه تامل، صورتی رنگ شود ۱۰ ml محلول ۰٫۵ N هیدروکلریک اسید به آن افزوده و محلول را به مدت ۱۰ دقیقه برای خارج کردن گاز  $CO_2$  بر روی صفحه

1- Beeswax  
2- Degras  
3- Montan wax

داغ بجوشانید. اسید اضافی را با محلول ۰٫۵ N KOH الکی تیترا کنید. مقدار قلیایی آزاد را بر حسب هیدروکسید پایه اصلی محاسبه کنید.

#### ۲-۳-۱-۷ کربنات‌های نامحلول

در صورتی که کربنات کلسیم یا هر نوع کربنات‌های قلیایی خاکی دیگر یا کربنات سرب به عنوان ماده نامحلول در گریس موجود باشد، با جوشش نمونه هنگام افزودن هیدروکلریک اسید به نمونه آشکار می‌شود. در صورتی که احتمال وجود مقدار کربنات‌ها نسبتاً زیاد باشد، مقدار کافی هیدروکلریک اسید ۰٫۵ N به آن بیفزایید تا کلیه کربنات‌ها حل شده و مقدار کمی بیشتر اسید باقی بماند. محلول را به مدت ۲ دقیقه بجوشانید و اسید اضافی را با محلول ۰٫۵ N KOH الکی تیترا کنید. از روی مقدار اسید مصرفی، معادل آن - را بر حسب کربنات کلسیم (CaCO<sub>3</sub>) محاسبه کنید. سایر انواع قلیایی که ممکن است وجود داشته باشد نادیده گرفته می‌شود.

#### ۳-۳-۱-۷ اسید آزاد

۱-۳-۳-۱-۷ در صورتی که لایه الکی اصلی صورتی رنگ نباشد، محلول را سرد کرده و با محلول ۰٫۵ N KOH الکی در حالی که پس از هر افزایش آن را به شدت تکان می‌دهید، به دقت تیترا کنید. اسیدیته محلول را بر حسب اسیداولئیک محاسبه کنید.

۲-۳-۳-۱-۷ اگر صابون‌های آهن، روی، آلومینیوم یا دیگر بازهای ضعیف موجود باشند، اندازه‌گیری اسید آزاد ممکن نیست، زیرا این صابون‌های فلزی با KOH وارد واکنش می‌شوند. تاکنون هیچ روشی که توسط آن بتوان این اندازه‌گیری را به طور مستقیم انجام داد، ابداع نشده است.

#### ۴-۱-۷ آب

#### ۱-۴-۱-۷ روش انجام آزمون

۱-۱-۴-۱-۷ آب را مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۴۰۸۱ اندازه‌گیری کنید.  
۲-۱-۴-۱-۷ درصد وزنی آب را مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۴۰۸۱ محاسبه و گزارش کنید.

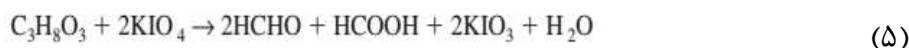
#### ۵-۱-۷ گلیسیرین (کمی)

#### ۱-۵-۱-۷ هدف و دامنه کاربرد

این روش برای اندازه‌گیری گلیسیرین آزاد و گلیسیرین ترکیبی که به صورت چربی در گریس موجود است به کار می‌رود. این روش برای گریس‌هایی که دارای ۰٫۳٪ تا ۱٫۶٪ گلیسیرین باشند، کاربرد دارد و حتی در مجاورت اتیلن گلیکول و پروپیلن گلیکول کاربرد آن صحیح می‌باشد.

#### ۲-۵-۱-۷ اصول آزمون

۱-۲-۵-۱-۷ برای اندازه‌گیری گلیسیرین آزاد در گریس، نمونه با سولفوریک اسید رقیق و n- هگزان، تقطیر برگشتی می‌شود. مخلوط گرم با آب گرم استخراج شده و محلول شستشو با پتاسیم پریدات خنثی و اکسید می‌شود. محلول به دست آمده با محلول استاندارد سدیم هیدروکسید تیترا می‌شود. گلیسیرین به دو مولکول فرمالدهید و یک مولکول فرمیک اسید مطابق با معادله ۵ اکسید می‌شود:



۲-۲-۵-۱-۷ برای اندازه‌گیری مجموع گلیسیرین آزاد و گلیسیرین ترکیبی در چربی قبل از تقطیر برگشتی محلول سدیم هیدروکسید به جای سولفوریک اسید به محلول اضافه می‌شود. پس از صابونی کردن، صابون‌ها به وسیله تقطیر برگشتی با اسید معدنی تجزیه می‌شوند. n- هگزان تبخیر شده و اندازه‌گیری آن مطابق با گلیسیرین آزاد، انجام می‌شود.

### ۳-۵-۱-۷ اندازه‌گیری گلیسیرین آزاد

#### ۱-۳-۵-۱-۷ روش انجام آزمون

۱-۱-۳-۵-۱-۷ مقدار ۱۰ g نمونه را در یک ارلن مایر ۲۵۰ ml وزن کنید. مقدار ۲۳ ml سولفوریک اسید رقیق (۳ ml سولفوریک اسید غلیظ به اضافه ۲۰ ml آب مقطر) و ۲۰ ml n- هگزان به آن بیفزایید.

۲-۱-۳-۵-۱-۷ مخلوط را بر روی حمام بخار تقطیر برگشتی کنید تا زمانی که گریس تجزیه شود. اجازه دهید محتویات ارلن مایر تا دمای محیط خنک شود. اگر محتویات ارلن به حالت مایع باقی بماند، از روش آزمون مذکور در ۳-۱-۳-۵-۱-۷ استفاده کنید. در صورتی که محتویات ارلن سفت شده یا ذرات جامد تشکیل گردید از روش آزمون مذکور در ۴-۱-۳-۵-۱-۷ استفاده کنید.

۳-۱-۳-۵-۱-۷ n- هگزان را به ارلن مایر افزوده و محتویات آن را به طور کمی به قیف جداکننده ۵۰۰ ml منتقل کنید. ارلن مایر را با ۵۰ ml n- هگزان و ۲۵ ml آب مقطر شسته و مایعات شستشو را در قیف جداکننده بریزید. قیف جداکننده را تکان داده و اجازه دهید دو لایه از یکدیگر جدا شود. لایه آبکی زیرین را به قیف جدا کننده دوم که حاوی ۱۰۰ ml n- هگزان است منتقل کنید. قیف جدا کننده اول را دو مرتبه هر بار با ۳۰ ml آب مقطر شسته و مایعات شستشو را به قیف جدا کننده دوم بیفزایید.

۴-۱-۳-۵-۱-۷ محتویات ارلن مایر را تا حدود ۶۳°C گرم کرده و آن را به طور کمی به یک قیف جداکننده ۵۰۰ ml منتقل کنید. ارلن مایر را با ۵۰ ml n- هگزان گرم و ۲۵ ml آب مقطر گرم شستشو داده و مایعات شستشو را به قیف جدا کننده اضافه کنید. محتویات قیف جدا کننده را گرم نگه‌داشته، تکان دهید و اجازه دهید تا دو لایه از یکدیگر جدا شوند. لایه آبی زیرین را به قیف جدا کننده که حاوی ۱۰۰ ml n- هگزان است منتقل کنید. قیف جدا کننده اول را دو دفعه و هر بار با ۳۰ ml آب مقطر گرم شستشو داده و مایعات شستشو را به قیف جدا کننده دوم اضافه کنید.

۵-۱-۳-۵-۱-۷ قیف جدا کننده دوم را تکان داده و اجازه دهید تا محتویات آن جدا شود. لایه آبی زیرین را در داخل ارلن مایر درب سمباده‌ای ۳۰۰ ml صاف کنید. قیف جدا کننده دوم را یکبار با ۲۰ ml آب مقطر شستشو داده و آب شستشو را در داخل همان ارلن مایر صاف کنید. محلول‌های n- هگزان را دور بریزید.

۶-۱-۳-۵-۱-۷ سه قطره معرف متیل رد (به یادآوری مراجعه کنید) را به محلول آبی افزوده و آن را با محلول سدیم هیدروکسید (۲۴۰ g/l) خنثی کنید. دو قطره دیگر معرف اضافه کرده و محلول را به دقت تا رنگ مسی که مشخصه نقطه پایان است با محلول NaOH، ۰/۰۵ N تیترا کنید.

**یادآوری-** شناساگر در محیط اسیدی یا محیط خنثی قرمز رنگ است و در یک محلول قلیایی (محلول آبی که چیزی به آن افزوده نشده باشد) زرد رنگ است. در اندازه‌گیری گلیسیرین به دلیل قلیایی بودن محیط، محلول دارای رنگ مسی است.

**۷-۱-۳-۵-۱-۷** **آزمون شاهد،** محلول شاهد را از افزایش ۲۳ ml سولفوریک اسید (۳:۲۰) به ۸۰ ml آب مقطر در یک ارلن مایر درب سمباده‌ای ۳۰۰ ml تهیه کنید. این محلول را با استفاده از شناساگر متیل رد تا نقطه پایان، مطابق روش آزمون مذکور در بند ۷-۱-۳-۵-۱-۶ خنثی کنید.

**۷-۱-۳-۵-۱-۷** به هر یک از ارلن مایرها مقدار ۳ g،  $KIO_4$  خالص شیمیایی اضافه کنید. درب ارلن مایرها را به دقت محکم کرده و آن‌ها را مدت دو ساعت تکان دهید (توصیه می‌شود برای این منظور از یک تکان دهنده مکانیکی استفاده شود).  $KIO_4$  اضافی موجود در محلول‌ها را به وسیله کاغذ صافی ریز بافت صاف کنید. محلول‌های صاف شده را در دو ارلن مایر تمیز درب سمباده‌ای ۳۰۰ ml جمع کنید. شش قطره از معرف متیل رد به هر یک از ارلن مایرها افزوده و محلول‌ها را تا رنگ مسی نقطه پایان به وسیله محلول NaOH، ۰٫۰۵ N تیترا کنید. مقدار سود مصرفی را در هر مورد یادداشت نمایید.

**۷-۱-۳-۵-۱-۶** اندازه‌گیری مقدار کل گلیسیرین (آزاد و ترکیبی)

**۷-۱-۴-۵-۱-۷** روش انجام آزمون

**۷-۱-۴-۵-۱-۷** مقدار ۱۰ g نمونه را در یک ارلن مایر ۲۵۰ ml وزن کنید. ۱۰ ml سدیم هیدروکسید (۱۰۰ g/l) را به آن افزوده و مخلوط را با خنک‌کن عمودی برگشتی به مدت دو ساعت حرارت دهید. **۷-۱-۴-۵-۱-۷** ارلن مایر را خنک کنید. سدیم هیدروکسید را به طور کامل با سولفوریک اسید (۱:۴) خنثی کنید. سپس حدود ۲۵ ml سولفوریک اسید (۱:۴) و به دنبال آن ۲۰ ml، n-هگزان بیفزایید. **۷-۱-۴-۵-۱-۷** اندازه‌گیری را مطابق با بندهای ۷-۱-۳-۵-۱-۷ تا ۷-۱-۳-۵-۱-۸ تکمیل کنید.

**۷-۱-۴-۵-۱-۷** محاسبات

درصد گلیسیرین را با استفاده از معادله ۶ محاسبه کنید:

$$G = \frac{(M - M_1) \times N \times 0.921}{S \times 0.92} \times 100 \quad (6)$$

که در آن:

$G$  درصد گلیسیرین؛

$M$  حجم محلول سدیم هیدروکسید ۰٫۰۵ N مصرف شده برای تیتراسیون نمونه، بر حسب میلی لیتر؛

$M_1$  حجم محلول سدیم هیدروکسید ۰٫۰۵ N مصرف شده برای آزمون شاهد، بر حسب میلی لیتر؛

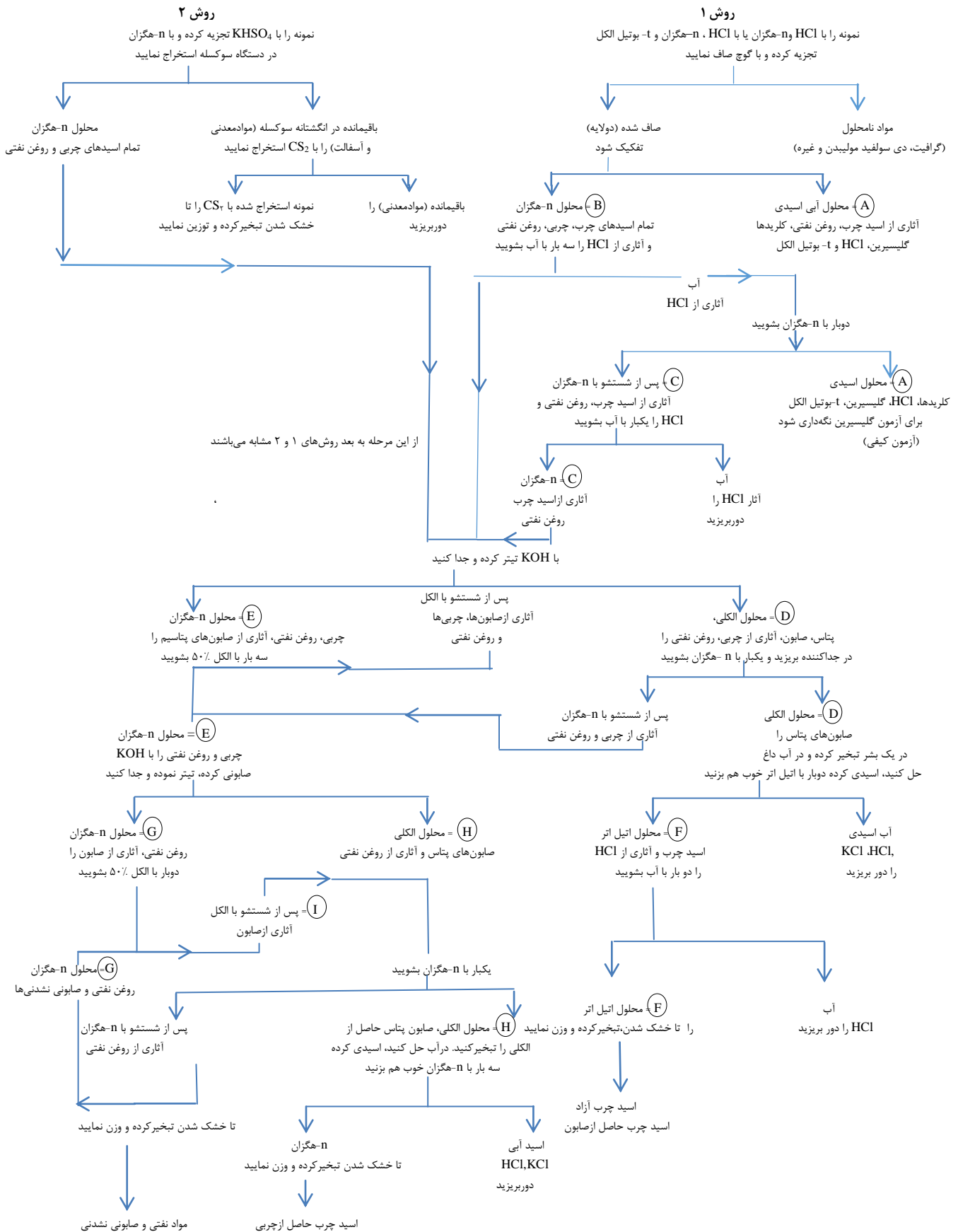
$N$  نرمالیه محلول سدیم هیدروکسید؛

$S$  وزن نمونه مصرف شده بر حسب گرم؛

۰٫۹۲ ضریب تجربی است که از نتایج آزمون‌ها به دست آمده است (این ضریب را نباید با ۰٫۹۲۱ که عدد استوکیومتری گلیسیرین است اشتباه کرد).

## ۸ دقت و اریبی<sup>۱</sup>

- ۸-۱ دقت، دقت این استاندارد با ارزیابی آماری نتایج آزمون بین آزمایشگاهی در دسترس نمی‌باشد.
- ۸-۲ اریبی، برای این روش هیچ داده‌ای از نتایج آزمون بین آزمایشگاهی برای ایجاد ارزیابی آماری در اریبی در دسترس نمی‌باشد.



شکل ۱- نمودار تجزیه گریس

## پیوست الف

### (الزامی)

## روش تکمیلی برای تجزیه گریس‌های روان‌کننده

### الف-۱ هدف و دامنه کاربرد

این روش آزمون در برگیرنده اندازه‌گیری کل مواد تشکیل‌دهنده سیال و کل مواد تشکیل‌دهنده نامحلول در n-هگزان می‌باشد. به طور کلی منظور از کاربرد این روش برای گریس‌هایی است که در بند ۱-۲ بحث شده است.

**یادآوری-** نتایج اندازه‌گیری اسید چرب آزاد (به بند ۷-۳-۳-۳ مراجعه کنید) و قلیایی آزاد (به بند ۷-۳-۱-۳ مراجعه کنید) برای تصحیح در محاسبات زیر به کار می‌رود.

### الف-۲ اصول آزمون

**الف-۲-۱ کل مواد تشکیل‌دهنده سیال** (به یادآوری مراجعه کنید)، گریس با n-هگزان استخراج می‌شود. جزء محلول در n-هگزان پس از تصحیح برای مقدار اسیدهای چرب آزاد به عنوان کل مواد تشکیل‌دهنده سیال منظور می‌شود.

**یادآوری-** چربی‌هایی که در n-هگزان محلول می‌باشند، جزئی از کل مواد تشکیل‌دهنده سیال خواهد بود، ولی معمولاً مقدار آن‌ها آنقدر کافی نیست که در خواص کل مواد تشکیل‌دهنده سیال اثر عمده‌ای داشته باشند.

**الف-۲-۲ کل مواد نامحلول در n-هگزان**، تفاضل قلیایی آزاد از جزء نامحلول گریس در n-هگزان به عنوان کل مواد نامحلول گزارش می‌شود.

### الف-۳ اصطلاحات و تعاریف

**الف-۳-۱ کل مواد تشکیل‌دهنده سیال**، روغن‌های نفتی، سیالات غیرنفتی و چربی‌های محلول در n-هگزان یا هر سه را در بر می‌گیرد.

**الف-۳-۲ کل مواد نامحلول در n-هگزان**، صابون، عوامل سفت‌کننده غیرصابونی، مواد پرکننده، نمک‌های معدنی مربوط به قلیایی آزاد و آسفالتین‌ها یا هر مخلوطی از این مواد که اصولاً در n-هگزان نامحلول است را در بر می‌گیرد.

### الف-۴ وسایل

**الف-۴-۱ دستگاه استخراج**، مشخصات دستگاه استخراج در استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۱۰، ارائه شده است. در این موارد لازم است که از یک بالن ۱۰۰۰ ml و یک کارتوش از کاغذ صافی با لایه مضاعف به قطر ۳۳ mm و ارتفاع ۹۴ mm استفاده شود. کارتوش به وسیله یک سیم یا یک سبد سیمی زنگ نزن در داخل محفظه و زیر خنک‌کننده در وضعی قرار داده می‌شود که حلال برگشتی به داخل آن بریزد.

## الف-۵ روش انجام آزمون

**الف-۵-۱** مقدار  $g (1.0 \pm 0.2)$  از نمونه را (به یادآوری ۱ مراجعه کنید) با تقریب  $1 \text{ mg}$  در داخل انگشتانه استخراج که قبلاً با  $n$ -هگزان شسته، خشک و وزن شده، توزین کنید. انگشتانه را در دستگاه استخراج که در بالن آن قبلاً  $125 \text{ ml}$ ،  $n$ -هگزان افزوده شده است (بند ۴-۱۰) قرار دهید. دستگاه سوار شده را در روی گرمکن بخار (صفحه یا مارپیچ) (به یادآوری ۲ مراجعه کنید) قرار داده و به مدت ۱۲ ساعت حرارت دهید (به یادآوری ۳ مراجعه کنید). انگشتانه را از دستگاه خارج کرده و مواد نامحلول را در یک آون که دارای تهویه است، در دمای  $100^\circ\text{C}$  و به مدت ۳۰ دقیقه خشک کنید. وزن انگشتانه را یادداشت کنید (به یادآوری ۱ مراجعه کنید). برای اطمینان از خروج مواد تشکیل‌دهنده سیال، مواد نامحلول را دوباره به مدت یک ساعت استخراج کنید. کارتوش را به طریق فوق خشک و دوباره وزن کنید (به یادآوری ۱ مراجعه کنید). در صورتی که افت وزن بیش از  $20 \text{ mg}$  باشد، عمل استخراج را چهار ساعت تکرار و خشک کردن را مجدد ادامه دهید.

**یادآوری ۱-** برای کاهش جذب رطوبت به وسیله انگشتانه آن را در یک ظرف توزین وزن می‌کنند. با پخش نمونه گریس به طور یکنواخت تا  $10 \text{ mm}$  پایین‌تر از لبه انگشتانه، عمل استخراج تسهیل می‌شود.

**یادآوری ۲-** به منظور رعایت ایمنی یک گرمکن مارپیچ بخار یا یک وسیله حرارتی مطمئن و مناسب دیگری باید برای حرارت دادن حلال در طول عمل استخراج و برای تبخیر از مواد تشکیل‌دهنده سیال استخراجی به کار برده شود.

**یادآوری ۳-** میزان حلال برگشتی از خنک‌کننده به انگشتانه استخراج باید آنقدر باشد که سطح حلال بین سطح بالایی گریس و لبه انگشتانه حفظ شود. برای تنظیم مقدار رضایت‌بخشی از مایع برگشتی ممکن است لازم شود بالن استخراج را از گرم‌کننده به وسیله صفحات عایقی جدا کرد. همچنین با پیشرفت عمل استخراج ممکن است برای افزایش میزان مایع برگشتی به منظور پرنه‌داشتن انگشتانه استخراج از حلال، لازم شود که تعدادی از صفحات عایق را از زیر بالن خارج کرد.

**الف-۵-۲** شفاف نبودن جزء محلول در  $n$ -هگزان نشان‌دهنده وجود مواد نامحلول در  $n$ -هگزان یا اسید آزاد یا هر دو آن‌هاست. در این مورد محلول را در حالیکه گرم است از یک بوته شیشه‌ای صافی‌دار با تخلخل متوسط و مقاوم شیمیایی و توزین شده صاف کنید. باقیمانده در بالن استخراج را با استفاده از  $n$ -هگزان داغ به یک بوته شیشه‌ای منتقل کنید. سپس بوته و محتویات آن را با  $n$ -هگزان داغ شستشو دهید تا جزء ناچیز موجود از مواد تشکیل‌دهنده سیال جدا شود. این عمل باعث می‌شود اسید آزاد در محلول  $n$ -هگزان باقی بماند در حالیکه مواد نامحلول از آن جدا می‌شود. اسیدهای آزاد در هنگام سرد شدن دوباره به حالت متبلور در می‌آید. بوته و محتویات آن را در دمای  $100^\circ\text{C}$  در یک آون تهویه‌دار به مدت ۳۰ دقیقه خشک کنید. سپس آن را خنک کرده و دوباره وزن کنید. این مقدار از مواد باید به وزن کل مواد نامحلول در  $n$ -هگزان افزوده شود.

**الف-۵-۳**  $n$ -هگزان صاف شده را به بشری که قبلاً وزن شده است، منتقل کنید. حلال را بر روی گرمکن بخار با دمیدن هوا یا گاز بی اثر بر روی سطح آن به مدت سه ساعت تبخیر کنید. سپس آن را در یک گرمخانه تهویه‌دار به مدت یک ساعت در دمای  $100^\circ\text{C}$  قرار داده و تا وزن ثابت حرارت دهید.

**یادآوری-**  $5 \text{ mg}$  افت وزن پس از ۱۵ دقیقه حرارت دادن در آون، نشانه رسیدن به وزن ثابت است.



الف-۶ محاسبات

الف-۶-۱ درصد کل مواد تشکیل دهنده سیال را با استفاده از معادله الف ۱ محاسبه کنید.

$$\text{درصد کل مواد متشکله سیال} = \left( \frac{100A}{W} \right) - B \quad (\text{الف-۱})$$

که در آن:

$A$  باقیمانده در محلول  $n$ -هگزان (بند الف-۵-۳)، بر حسب گرم؛

$W$  وزن نمونه گریس مورد آزمون، بر حسب گرم؛

$B$  درصد اسید چرب آزاد بر حسب اولئیک اسید (بند ۷-۱-۳-۳)؛

الف-۶-۲ درصد کل مواد نامحلول در  $n$ -هگزان را با استفاده از معادله الف ۲ محاسبه کنید.

$$\text{درصد کل مواد نامحلول در } n\text{-هگزان} = \left( \frac{100C}{W} \right) - D \quad (\text{الف-۲})$$

که در آن:

$C$  مقدار باقیمانده از استخراج  $n$ -هگزان (بند الف-۵-۱)، بر حسب گرم؛

$W$  مقدار نمونه گریس مورد آزمون، بر حسب گرم؛

$D$  درصد قلیایی آزاد بر حسب هیدروکسید پایه اصلی (بند ۷-۱-۳-۱).

پیوست ب  
(اطلاعاتی)  
کتابنامه

[۱] Stanton, G. M., “Examination of Grease by Infrared Spectroscopy,” *NLGI Spokesman*, Vol 38, No. 5, August 1974, pp. 153–165.

[۲] Stanton, G. M., “Grease Analysis, a Modern Multitechnique Approach”, Preprint NLGI Annual Meeting, Oct 26–29, 1975.

[۳] Bonomo, F. S., and Schmidt, J. J. E., “Development of Schematic Analytical Procedures for Synthetic Lubricants and Their Additives,” WADC Technical Report 54-464, Part IV, July 1957 (U.S. Government No. AD-130922)