شبکه آزمایشگاهی فناوری نانو

فصلنامه

دانش آزمایشگاهی ایران

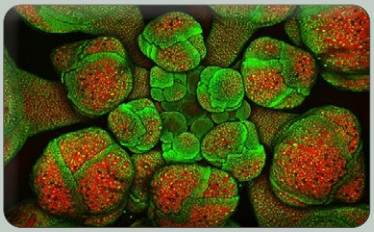
سال یازدهم ▪ شماره ۱ ▪ بهار ۱۴۰۲ ▪ شماره پیاپی ۴۱

ISSN 2538-3450

طیف‌سنجی جرمی زمان پرواز

- توسعه شبکه‌سازی آزمایشگاه‌ها
- توسعه جریان دانش در شبکه آزمایشگاهی

اندازه‌گیری آرسنیک در برنج با روش جذب اتمی تولید هیدرید



انواع نشانگرها در میکروسکوپ روبشی لیزری هم‌کانون (بخش اول)

بررسی اندازه‌گیری اجزاء آروماتیک، اولفین و غیراشباع در انواع سوخت به روش کروماتوگرافی گازی با ستون کاپیلاری ۱۰۰ متری و قدرت تفکیک بالا

نقش آزمایشگاه در کنترل کیفیت مخازن تحت فشار بدون درز (بخش دوم)

مروری بر مقاومت گریس در برابر آب

www.IJLK.ir
info@ijlk.ir

عید قربان سعید

پیامبر اکرم(صلی الله علیه و آل وسلم):

خداوند متعال در روز عید فطر و عید قربان ، به زمین با عنایت می نگرد. پس از خانه ها بیرون آیید تا رحمت به شما برسد.

فصلنامه
دانش آزمایشگاهی ایران

سال یازدهم ■ شماره ۱ ■ بهار ۱۴۰۲ ■ شماره پیاپی ۴۱

ISSN 2538-3450

صاحب امتیاز: شبکه آزمایشگاهی فناوری نانو

سردبیر: رضا اسدی فرد

مدیرمسئول : مجتبی نسب

مدیریت اجرایی: شبکه آزمایشگاهی فناوری نانو

دبیر مقالات: داود قرایلو

همکاران این شماره: حامد دارابی، مریم معلمی بهمنی، پروین هادیان، ابراهیم آتش‌بزرگ، امیر ادریسی، فرشاد جعفری علیرضا قاسم‌پور، امیررضا شریف

طراحی و صفحه آرایی : سیمین رفیع‌پور لنگرودی

ویراستار: زینب زرینچه

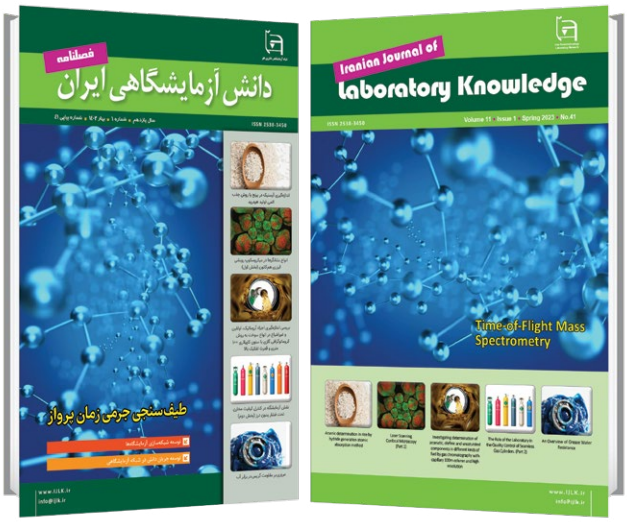
نشانی: تهران . صندوق پستی ۳۴۴-۱۴۵۶۵

تلفن: ۰۲۱ ۶۶۹۴۱۰۸۵

پایگاه اینترنتی: www.IJLK.ir

پست الکترونیکی: info@ijlk.ir

شبکه آزمایشگاهی فناوری نانو



فهرست مطالب

اخبار

توسعه شبکه‌سازی آزمایشگاه‌ها ۲

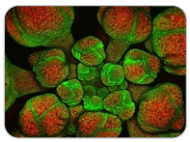
توسعه جریان دانش در شبکه آزمایشگاهی ۴

استاندارد

فناوری نانو- ارزشیابی عملکرد ضدمیکروبی منسوجات حاوی نانومواد ساخته شده ۶

مقالات

اندازه‌گیری آرسنیک در برنج با روش جذب اتمی تولید هیدرید ۷

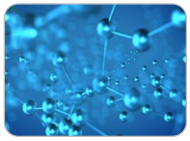


انواع نشانگرها در میکروسکوپ روبشی لیزری هم‌کانون (بخش اول) ۱۳

بررسی اندازه‌گیری اجزاء آروماتیک، اولفین و غیراشباع در انواع سوخت به روش کروماتوگرافی گازی با ستون کاپیلاری ۱۰۰ متری و قدرت تفکیک بالا ۱۹

نقش آزمایشگاه در کنترل کیفیت مخازن تحت فشار بدون درز (بخش دوم) ۳۲

مروری بر مقاومت گریس در برابر آب ۴۰



طیف‌سنجی جرمی زمان پرواز ۴۸

شکل دهی ارتباطات بین مراکز آزمایشگاهی، یکی از فعالیت های مستمر شبکه آزمایشگاهی فناوری های راهبردی ایران است. برای این منظور، شبکه آزمایشگاهی از ابزارهای متنوعی استفاده می‌کند. برگزاری برنامه‌های جمعی حضوری و اینترنتی بین مدیران و کارشناسان آزمایشگاه‌ها در قالب نشست های ملی و استانی، بازدیدهای جمعی از مراکز آزمایشگاهی و مشارکت در برنامه‌های جمعی بین المللی، فرصت‌هایی برای مطرح شدن چالش‌های پیش روی آزمایشگاه‌ها در ارائه خدمات و توسعه فعالیت‌های آنها ارائه می‌کند. همچنین این برنامه‌ها علاوه بر معرفی توانمندی‌های آزمایشگاهی مراکز به یکدیگر و شکل‌دهی همکاری‌ها، تبادل تجربه و ایجاد جریان دانش بین مدیران و کارشناسان را به همراه دارد.

در ادامه، گزارشی از برنامه‌های برگزار شده در این راستا در بهار ۱۴۰۲ ارائه شده است.

نشست مدیران آزمایشگاه‌های استان زنجان

یکشنبه ۱۰ اردیبهشت ماه ۱۴۰۲، نشستی با حضور مدیران آزمایشگاه‌های استان زنجان، نمایندگان شبکه آزمایشگاهی و همچنین نمایندگان سازمان های نظارتی استان، به میزبانی دانشگاه تحصیلات تکمیلی علوم پایه زنجان برگزار شد. در این برنامه، ۴۰ نفر از مدیران آزمایشگاه های دانشگاه‌ها، پژوهشگاه‌ها، مراکز تحقیقاتی و شرکت‌های خصوصی مستقر در شهرهای مختلف استان زنجان، نمایندگان سازمان استاندارد، سازمان محیط زیست و سازمان غذا و داروی زنجان حضور داشتند.

در این برنامه، مهندس نسب، دبیر شبکه آزمایشگاهی فناوری‌های راهبردی، ضمن معرفی فعالیت‌های انجام شده از سوی شبکه آزمایشگاهی در راستای توسعه شبکه سازی آزمایشگاه‌ها و کمک به توسعه پژوهش در کشور، حمایت‌های قابل ارائه به آزمایشگاه‌های عضو شامل آموزش کارشناسان و تبادل دانش و تجربه، استقرار استانداردهای آزمایشگاهی، تعمیر و نگهداری و کالیبراسیون تجهیزات آزمایشگاهی، حمایت از استقرار نرم افزارهای مدیریت اطلاعات آزمایشگاهی را اعلام کردند. اطلاع رسانی رویدادها و توانمندی‌های آزمایشگاه‌ها توسط شبکه را برای کمک به معرفی توانمندی مراکز عضو موثر دانستند. ایجاد سازوکارهای لازم برای سازمان دهی آموزش‌های عمومی و تخصصی حوزه آزمایشگاهی، برقراری و تقویت ارتباط بین آزمایشگاه و همچنین بین آزمایشگاه‌ها و سازمان‌های نظارتی و جذب و تشویق آزمایشگاه‌های سازمان‌ها برای عضویت در شبکه آزمایشگاهی نیز از جمله دیگر موارد مطرح شده در این نشست بود.

در ادامه، حاضرین نشست، از توانمندی‌های آزمایشگاه‌های تحقیقات ویروس و طیف‌سنج جرمی پارک علم و فناوری دانشگاه تحصیلات تکمیلی زنجان، آزمایشگاه ICP-MS دانشکده علوم زمین، آزمایشگاه مواد الکترونیک دانشکده فیزیک و آزمایشگاههای NMR و شیمی تجزیه دانشکده شیمی دانشگاه تحصیلات تکمیل زنجان بازدید کردند و به بحث و تبادل نظر با کارشناسان این آزمایشگاه‌ها پرداختند. روز دوم این برنامه نیز دبیر و کارشناس شبکه آزمایشگاهی، به همراه جمعی از مدیران و کارشناسان آزمایشگاه‌های استان زنجان، از توانمندی‌های شرکت دقت آزمون بسپار، شرکت ابزار دقیق زنگان و همچنین از آزمایشگاه‌های ژنتیک و فیزیولوژی، آزمایشگاه مرکز تحقیقات متالورژی و آزمایشگاه‌های شیمی آلی-معدنی، شیمی عمومی، علوم جانوری و شیمی تجزیه دانشگاه آزاد اسلامی واحد زنجان بازدید کردند.

نشست مدیران آزمایشگاه‌های استان مرکزی

سه شنبه ۲ خرداد ماه ۱۴۰۲، نشستی با حضور مدیران آزمایشگاه‌های استان مرکزی، نمایندگان شبکه آزمایشگاهی و همچنین نمایندگان سازمان‌های نظارتی استان مرکزی، به میزبانی دانشگاه اراک برگزار شد. در این برنامه، ۳۰ نفر از مدیران آزمایشگاه‌های دانشگاه‌ها و مراکز آزمایشگاهی خصوصی مستقر در شهرهای مختلف استان مرکزی و نمایندگان سازمان غذا و داروی اراک حضور داشتند.

در این برنامه، دکتر حامد صفی‌خانی، معاون پژوهش و فناوری دانشگاه اراک، ضمن خوشامدگویی به حاضرین در برنامه، به معرفی ظرفیت‌ها، امکانات و فعالیت‌های انجام شده توسط دانشگاه برای توسعه انجام پژوهش در استان مرکزی و ارائه خدمات به پژوهشگران و صنایع استان پرداخت. ایشان پیگیری معاونت پژوهش و فناوری دانشگاه در زمینه تعمیر و راه اندازی مجدد تعداد زیادی از تجهیزات از کارافتاده موجود در دانشگاه و بازگشت آن‌ها به چرخه خدمات‌دهی را از جمله اقدامات موثر در زمینه خدمات دهی بهتر به محققین و استفاده بهینه از امکانات آزمایشگاهی دانشگاه عنوان کرد.

در ادامه، دکتر علیرضا پسرکلو، مدیر آزمایشگاه مرکزی دانشگاه اراک، آزمایشگاه‌های زیرمجموعه آزمایشگاه مرکزی دانشگاه و امکانات آن‌ها و پروژه‌های انجام شده با همکاری دیگر مراکز تحقیقاتی استان مرکزی را معرفی کرد. به گفته وی، با وجود تجهیزات آزمایشگاهی متنوعی مانند دستگاه‌های آنالیز عنصری DLS، XRF، FTIR، XRD، NMR، CHNS، AFM، HPLC، GC و میکروسکوپ فلورسانس فوتولومینسانس و غیره در آزمایشگاه مرکزی، این آزمایشگاه برای ارایه خدمت به پژوهشگران و صنایع کشور، آمادگی دارد.

در ادامه برنامه نشست، حاضرین از توانمندی‌های آزمایشگاه‌های دانشگاه اراک، همچون آزمایشگاه‌های XRD و NMR و همچنین آزمایشگاه تحقیقاتی ایزوتوپ‌های پایدار بازدید کرده و با انواع نمونه‌های مورد آنالیز و پژوهش‌های انجام شده در این آزمایشگاه‌ها آشنا شدند و به بحث و تبادل نظر با کارشناسان آزمایشگاه‌های مذکور پرداختند.

روز چهارشنبه سوم خرداد ماه نیز نمایندگان شبکه آزمایشگاهی و تعدادی از مراکز عضو، از توانمندی‌های پارک علم و فناوری استان مرکزی (آزمایشگاه‌های صفحه مدارهای چاپی برق و الکترونیک، جذب اتمی وکوانتومتر، شیمی و متالورژی و مکانیک)، شرکت صنعتی گام اراک (آزمایشگاه‌های متالورژی، شیمی و کالیبراسیون) و دانشگاه آزاد اسلامی واحد اراک (آزمایشگاه‌های فیزیکوشیمیایی، رازی، آنالیز دستگاهی، میکروبی، محیط زیست و چند آزمایشگاه تحقیقاتی دیگر) بازدید و با فعالیت‌ها و تحقیقات ایشان آشنا شدند.

توسعه جریان دانش در شبکه آزمایشگاهی

فعالیت تعداد قابل توجهی از کارشناسان در آزمایشگاه‌های عضو شبکه آزمایشگاهی فناوری‌های راهبردی که تجربه کاربری تجهیزات پیشرفته آزمایشگاهی را دارند، موجب شده است شبکه آزمایشگاهی برنامه‌های آموزشی متنوعی را برای ارتقای دانش فنی کارشناسان آزمایشگاه‌ها و پیشبرد جریان دانش در شبکه، در قالب دوره‌های آموزش تئوری و کارگاه‌های عملی و نیز دوره‌های آموزش مجازی طرح ریزی و اجرا نماید.

کارگاه مدیریت کیفیت و ایمنی در آزمایشگاه در استان چهارمحال و بختیاری برگزار شد

آشنایی با مفاهیم اصلی استاندارد، ایمنی در آزمایشگاه، عدم قطعیت، صحه گذاری، کالیبراسیون، ممیزی داخلی، قواعد تصمیم گیری و ریسک و مقایسات بین آزمایشگاهی، موضوعات مهمی است که در انجام بهتر آزمون‌های آزمایشگاهی و حصول نتایج دقیق‌تر و نیز در فرایند استقرار استانداردهای آزمایشگاهی نقش مهمی ایفا می‌کند.

شبکه آزمایشگاهی با هدف آشنایی هرچه بیشتر مدیران کیفیت و مدیران آزمایشگاه‌های عضو شبکه آزمایشگاهی فناوری‌های راهبردی در سراسر کشور، کارگاه آموزشی «آشنایی با سیستم‌های مدیریت کیفیت و ایمنی در آزمایشگاه‌های آزمون و نمونه‌برداری» را به تفکیک مراکز عضو شبکه در هر استان، در سال ۱۴۰۲ برگزار می‌کند.

اولین استان میزبان برگزاری این کارگاه در سال ۱۴۰۲، استان چهارمحال و بختیاری است که کارگاه آموزشی مذکور از سوی کارگروه استاندارد و ایمنی شبکه آزمایشگاهی برای آزمایشگاه‌های عضو این شبکه در آن استان، دوم خرداد ماه در دانشگاه شهرکرد و با حضور حدود ۳۰ نفر از مدیران آزمایشگاه‌ها، مدیران کیفیت و کارشناسان مراکز عضو در آن استان برگزار شد.

در این کارگاه یک روزه، ضمن معرفی استانداردهای ISO/IEC17034، ISO/IEC17043، به مبحث ایمنی در آزمایشگاه نیز پرداخته شد. همچنین الزامات استاندارد ISO/IEC17025 برای حاضرین در جلسه آموزشی تشریح شد و با مفاهیمی همچون محاسبه عدم قطعیت، صحه‌گذاری، کالیبراسیون، مقایسات بین آزمایشگاهی، ممیزی داخلی، قواعد تصمیم گیری و خطر در آزمایشگاه آشنا شدند. در این کارگاه به سوالات شرکت کنندگان درباره چگونگی پیاده‌سازی و استقرار استاندارد ISO/IEC17025 در آزمایشگاه نیز پاسخ داده شد.

شایان ذکر است کارگاه آموزشی مذکور ویژه مراکز عضو شبکه آزمایشگاهی فناوری‌های راهبردی و به صورت جمعی برای آزمایشگاه‌های یک یا چند استان مجاور برگزار خواهد شد.

کارگاه مدیریت کیفیت و ایمنی در آزمایشگاه در استان قزوین برگزار شد

کارگاه مدیریت کیفیت و ایمنی در آزمایشگاه در استان قزوین برگزار شد

کارگاه آموزشی آشنایی با سیستم های مدیریت کیفیت و ایمنی در آزمایشگاه های آزمون و نمونه برداری برای آزمایشگاه های عضو شبکه در استان قزوین، برگزار شد.

به گزارش پایگاه خبری شبکه آزمایشگاهی فناوری‌های راهبردی، فعالیت تعداد قابل توجهی از کارشناسان در آزمایشگاه‌های عضو شبکه موجب شده است شبکه آزمایشگاهی به منظور به‌روزآوری و ارتقای دانش ایشان، برنامه‌های آموزشی متنوعی را طرح ریزی و اجرا کند. یکی از برنامه‌های آموزشی در حال برگزاری از سوی این شبکه در سال جاری، کارگاه آموزشی «آشنایی با سیستم‌های مدیریت کیفیت و ایمنی در آزمایشگاه‌های آزمون و نمونه برداری» است که در استان‌های مختلف کشور برگزار می‌شود.

پس از برگزاری کارگاه مذکور در استان چهارمحال و بختیاری (دوم خرداد) به عنوان اولین استان میزبان برگزاری این دوره، استان قزوین دومین میزبان این برنامه بود و کارگاه مدیریت کیفیت و ایمنی در آزمایشگاه، بیست و سوم خردادماه با حضور ۲۹ نفر از مدیران کیفیت، کارشناسان و مدیران آزمایشگاه‌های عضو شبکه آزمایشگاهی در استان قزوین برگزار شد.

در این کارگاه یک روزه، ضمن معرفی استانداردهایی مانند ISO/IEC17034، ISO/IEC17043، به مبحث ایمنی در آزمایشگاه نیز پرداخته شد. همچنین الزامات استاندارد ISO/IEC17025 برای حاضرین تشریح گردید و با موضوعاتی همچون محاسبه عدم قطعیت، صحه گذاری، کالیبراسیون، مقایسات بین آزمایشگاهی، ممیزی داخلی، قواعد تصمیم گیری و ریسک در آزمایشگاه آشنا شدند. علاوه بر این، حاضرین در برنامه از آزمایشگاه پرتوایکس دانشگاه بین المللی امام خمینی قزوین بازدید کردند.

شایان ذکر است کارگاه آموزشی مذکور ویژه مراکز عضو شبکه آزمایشگاهی فناوری های راهبردی و به صورت جمعی برای آزمایشگاه‌های یک یا چند استان مجاور برگزار می شود.

فناوری نانو- ارزشیابی عملکرد ضدمیکروبی منسوجات حاوی نانومواد ساخته شده

مترجم
حامد دارابی [1]*
darabi.hami@gmail.com
کارشناس دبیرخانه شبکه آزمایشگاهی فناوری‌های راهبردی ایران

استفاده از فناوری نانو در صنعت نساجی عملکردهای جدیدی مانند فعالیت ضدمیکروبی، مقاومت در برابر لک شدگی، پرتو فرابنفش، چروک شدن[1]، تاخیر در کندسوز کنندگی[2]، افزایش استحکام مکانیکی نسبت به منسوجات معمولی بدون از دست دادن قابل توجه یا تغییر خواص اولیه، ارائه کرده است.

رشد سریع و مستمر منسوجات حاوی نانومواد ساخته شده (TCMNMs)[3]، نیاز به تدوین استانداردهای بین المللی خاص برای نانومواد ساخته شده (MNMs)[4] در زمینه دستورالعمل‌های فرایندهای آزمون و منسوجات را ایجاد می‌کند. این یک نیاز دوطرفه صنعت و مصرف کننده است. برای افزایش خواص ضدمیکروبی، الیاف منسوج طبیعی و مصنوعی را می‌توان با نانومواد و مواد شیمیایی مختلف عمل‌آوری کرد. فعالیت‌های ضدمیکروبی TC-MNMs شامل فعالیت‌هایی بر ضدباکتری‌ها، قارچ‌ها، ویروس‌ها و سایر میکروارگانیسم‌ها است. همچنین فعالیت‌های ضدمیکروبی می‌تواند منجر به ایجاد خاصیت ضد بو نیز شود. برای TC-MNMs ضدمیکروبی، به طور معمول از فلزات مختلف، به طور عمده نقره و مس و اکسیدهای فلزی مانند اکسید مس (CuO) دی‌اکسید تیتانیم (TiO_2) و اکسید روی (ZnO) استفاده می‌شود.

فعالیت ضدمیکروبی TCMNMs می‌تواند پس از چندین بار شستشو و مواجهه با عرق بدن به دلیل رهایش احتمالی نانومواد گنجانده شده و همچنین اثر شیمیایی عرق و محلول لباسشویی بر نانوترکیبات به میزان قابل ملاحظه‌ای کاهش یابد. در زمان تدوین این استاندارد، هیچ استاندارد ISO مخصوص محصولات TCMNM وجود ندارد (اما استاندارد ملی ایران شماره ۲۱۱۹۵: سال ۱۳۹۹ در این زمینه موجود است). بنابراین، تدوین یک استاندارد برای تعیین عملکرد ضدمیکروبی TCMNMs تحت فرایند شستشو و تعریق بدن، می‌تواند تجارت و رشد بازار را تسهیل کند.

این استاندارد به ایمنی نانو و تاثیر زیست محیطی ناشی از رهایش نانو مواد از TCMNMs در هوا، آب و محل دفن زباله نمی‌پردازد. داده‌های مربوط به رهایش نانومواد از پارچه‌ها در شرایط مختلفی مانند تعریق، تنش‌های مکانیکی (سایش مکرر) در طی فرایند شستشو در ماشین لباسشویی، به عنوان اطلاعات اساسی برای درک رهایش بالقوه در محیط در نظر گرفته می‌شوند.

عرق مصنوعی محلول مناسبی برای استفاده به عنوان ماده‌ای شبیه عرق پوست انسان است که به منظور تعیین مقدار رهایش نانومواد از TCMNMs به بدن انسان به کار می‌رود. با در نظر گرفتن اثرات فرایند شستشو و عرق انسان بر رهایش نانو مواد از TCMNMs و همچنین TCMNMs که تحت فرایند شستشو و مواجهه با محلول عرق مصنوعی بدن انسان قرار گرفته‌اند، در این استاندارد روش‌های اندازه گیری نانومواد رها شده از TCMNMs، عملکرد ضدباکتریایی و روش ارزیابی TCMNMs شرح داده شده است.

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روش ارزیابی عملکرد ضدمیکروبی منسوجات حاوی نانومواد ساخته شده (فلزات/ اکسیدهای فلزی) TCMNMs است. منسوجات موجود در این استاندارد شامل پارچه، نخ و الیافی است که در آن‌ها از نانومواد ساخته شده در طی فرایند تولید یا تکمیل استفاده می‌شوند. همچنین، این استاندارد پروتکل‌هایی را برای تعیین مقدار نانومواد رهاشده از منسوجات پس از شستشو و/یا مواجهه با عرق مصنوعی بدن انسان را مشخص می‌کند. این استاندارد فقط روش ارزیابی عملکرد ضدباکتریایی، ضد قارچی و ضد بو TCMNMs را پوشش می‌دهد.

این استاندارد منسوجاتی را که کاربرد درمانی دارند، همچنین جنبه‌های محیطی، بهداشتی و ایمنی (EHS)[5] مرتبط با TC-MNMs را پوشش نمی‌دهد. علاوه بر این، رهایش نانومواد از TCMNMs ناشی از کهنگی، سایش سطحی[6] و عمیق (تا مرز سوراخ شدن)[7] را پوشش نمی‌دهد، اگرچه به عنوان عامل موثر در رهایش نانومواد در نظر گرفته می‌شوند. این استاندارد ملی بر مبنای پذیرش استاندارد بین المللی زیر به روش «معادل یکسان» تهیه و تدوین شده و شامل ترجمه تخصصی کامل متن آن به زبان فارسی است و معادل یکسان استاندارد بین المللی مزبور است:

ISO/TS 23650: 2021 Nanotechnologies — Evaluation of the antimicrobial performance of textiles containing manufactured nanomaterials.

1. Wrinkle
2. Flame retardancy
3. Textiles containing manufactured nanomaterials
4. Manufactured nanomaterials
5. Environment, Health and Safety
6. Dry attrition
7. Abrasion

اندازه‌گیری آرسنیک در برنج با روش جذب اتمی تولید هیدرید

نویسندگان
مریم معلمی بهمنی[1*]
*Maryam.moallemi.m@gmail.com

چکیده

آلودگی خاک‌ها و محیط‌های آبی با فلزات سنگین مشکلی جدی و در حال گسترش است. ورود فلزات سنگین از طریق فعالیت‌های انسانی، باعث آلودگی بسیاری از خاک‌ها شده‌است. همچنین آلودگی برنج به فلزات سنگین و ورود آن به زنجیره غذایی می‌تواند اثرات مخربی بر سلامت انسان به همراه داشته باشد. گونه‌های آرسنیک به دلیل سمی بودن، نیاز به نظارت دقیق در مواد غذایی دارند. در این مقاله، به اهمیت اندازه‌گیری آرسنیک[2] در برنج با روش طیف‌سنجی جذب اتمی تولید هیدرید انتخابی[3] و همچنین به انواع مزاحمت‌ها و روش‌های برطرف کردن آنها پرداخته می‌شود. طیف‌سنج جذب اتمی باید مجهز به مشعل هوا - استیلن، دستگاه مولد بخار هیدرید، لوله جذب کوارتزی لامپ کاتدی تو خالی آرسنیک مناسب برای اندازه‌گیری در طول موج ۱۹۳/۷ نانومتر باشد.

واژه‌های کلیدی

آرسنیک، برنج، جذب اتمی.

مقدمه

امروزه نقش فلزات سنگین در آلودگی‌های زیست‌محیطی و اثرات سوء آنها بر سلامت انسان بر کسی پوشیده نیست [۱]. فلزات سنگین از راه‌های گوناگون وارد بدن انسان می‌شود؛ یکی از این راه‌ها، بلع به همراه مواد غذایی است که در مواد غذایی روزمره مانند غلات، منجر به کاهش ارزش غذایی و افزایش سمیت مزمن آنها می‌شود [۲]. طبق گزارش سازمان غذا و کشاورزی، به‌طور تقریبی، ۳۰ درصد منبع انرژی و ۲۰ درصد از منبع پروتئین جهان از طریق مصرف برنج فراهم می‌شود. بنابراین، این محصول به‌عنوان یکی از پرمصرف‌ترین تیره غلات و جزء اصلی سبد غذایی حدود ۲/۴ میلیارد نفر از جمعیت جهان است که سرانه مصرف آن در جهان ۵۸/۸ کیلوگرم و در ایران معادل ۴۲/۵ کیلوگرم برآورد می‌شود. در واقع برنج، دومین محصول پرمصرف ایران بعد از گندم است [۳]. به دلیل سیاست‌های افزایش جمعیتی در ایران، بدون شک، تقاضای مصرف برنج به‌صورت سالانه افزایش قابل توجهی خواهد داشت.

محاسبه مقدار عناصر در مواد غذایی به‌منظور ارزیابی مواد مغذی ضروری و سطوح قرار گرفتن در معرض عناصر سمی ضروری است [۴ و ۵]. اهمیت اندازه‌گیری این عناصر از آنجا ناشی می‌شود که این عناصر با غلظت‌های بسیار کم و حتی در حد ppb، می‌توانند برای انسان خطرآفرین باشند و پیامدهایی همچون انواع سرطان‌ها، زایش کودکان ناهنجار و همچنین مرگ در اثر آلوده شدن افرادی که در تماس بلند مدت با این عناصر هستند، توسط سازمان بهداشت جهانی گزارش شده‌است. از سویی دیگر، تولید جهانی ترکیبات دارای این عناصر، بسیار زیاد است و در اثر مصرف این ترکیبات در صنایع، کشاورزی و غیره، آلوده شدن محیط به این عناصر را به دنبال خواهد داشت. در چرخه‌ای که این عناصر در گیاهان، هوا و غیره می‌گذرانند، سبب به وجود آمدن آسیب‌های فراوانی برای سلامتی انسان‌ها خواهند شد.

آرسنیک در مواد غذایی

آرسنیک یک متالوئید بسیار سمی است. به‌طور معمول آرسنیک در طبیعت، به‌صورت آلی و معدنی یافت می‌شود. آژانس بین‌المللی تحقیقات سرطان[۴] بیان می‌کند که آرسنیک، اولین گروه از ترکیبات سرطان‌زا است [۶ و ۷]. راه‌های ورود آن به آب، به دلیل وجود معادن سنگ فلزات آهن و همچنین مصرف مواد ضد آفات نباتی و حشره‌کش‌های حاوی آرسنیک است. به دلیل آلوده شدن آب به این عنصر و همچنین آلوده شدن خاک مزارع در اثر موارد ذکر شده، گیاهانی که در این مزارع کشت می‌شوند و محصولات آنها نیز از این آلودگی بی‌بهره نخواهند بود [۸]. برنج یک غذای اصلی است که به‌طور معمول توسط مردم در سرتاسر جهان به ویژه در آسیا مصرف می‌شود. اندونزی کشوری است که پس از بنگلادش، دومین کشور مصرف کننده برنج در جهان است. همچنین برنج، منبع پروتئین در جوامع روستایی است [۹]. به‌طور کلی، برنج سفید نسبت به سایر انواع برنج مانند برنج قهوه‌ای و برنج سیاه بیشتر مصرف می‌شود [۱۰].

تحقیقات انجام شده توسط سازمان بهداشت جهانی[۵] گزارش داد که برنج، منبع اصلی قرار گرفتن در معرض آرسنیک برای انسان است [۱۱]. برنج، گیاهی بی‌هوازی است. در شرایط بی‌هوازی، آرسنیک موجود در خاک جذب و باعث می‌شود آرسنیک سطح آن در برنج حدود ۱۰ برابر بیشتر از سایر گیاهان باشد. زمانی که برنج در خاک آلوده به آرسنیک کاشته می‌شود، سطوح آرسنیک در دانه‌های برنج بیشتر افزایش می‌یابد، مانند زمانی که کشاورزان از آفت‌کش‌ها استفاده می‌کنند و آبیاری را با آبی انجام می‌دهند که حاوی آرسنیک بالایی است.

آرسنیک به ندرت به حالت آزاد وجود دارد. این ماده به‌طور معمول، جزیی از کانی‌های سولفیدریک به شکل آرسنیدها و آرسنات‌ها همراه با آرسنیک تریاکسید است. متوسط غلظت آرسنیک در پوسته زمین ۲ میلی‌گرم درکیلوگرم است. آرسنیک غیر آلی در مقایسه با نوع آلی، پرتحرک‌تر است؛ بنابراین، به دلیل نشت به آب‌های سطحی و زیرزمینی، مشکلات بیشتری ایجاد می‌کنند. گونه سه ظرفیتی، سمی‌تر، محلول‌تر و پرتحرک‌تر از گونه پنج ظرفیتی است. در آب دریا که دارای محیطی هوازی است، گونه‌های پنج ظرفیتی به‌طور شاخص حضور دارد. در آب دریاچه‌ها و رودخانه نیز آرسنیک پنج ظرفیتی عموماً گونه حاکم است [۱۲].

از آنجایی که آرسنیک می‌تواند موجب سرطان در انسان شود، بنابراین، در کمیته خواربار و کشاورزی سازمان ملل متحد[۶] در مورد تعیین حداکثر حد[۷] برای محتوای آرسنیک معدنی[۸] در برنج بحث شد. در سال ۲۰۱۴، سازمان ایمنی مواد غذایی اروپا[۹]، مطالعه‌ای در مورد مواد غذایی انجام داد که در آن، ۱۰۳۷۷۳ نمونه از کشورهای مختلف اتحادیه اروپا[۱۰] به‌منظور تخمین قرار گرفتن در معرض iAs از طریق مصرف غذا و همچنین تعیین بیشینه مقدار آستانه قانونی برای محتوای iAs در برنج و غذای مبتنی بر برنج مورد تجزیه و تحلیل قرار گرفت. بنابراین، اندازه‌گیری این عناصر در نمونه‌های مواد خوراکی، محیطی یا کلینیکی بسیار با اهمیت است تا درصورت نیاز بتوانیم پیشگیری‌های لازم را برای کاهش یا برطرف کردن آلودگی و آسیب این عناصر انجام دهیم.

تجزیه و تحلیل شیمیایی As مستلزم جداسازی قبلی گونه As و به دنبال آن تشخیص As است. کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا[۱۱] همراه با طیف‌سنج پلاسمای جفت شده القایی[۱۲] بیشتر برای جداسازی ترکیبات در برنج استفاده شده‌است [۱۳ تا ۱۵]. طیف‌سنجی جرمی پلاسمای جفت شده القایی با کروماتوگرافی یونی نیز به این منظور مورد استفاده قرار گرفته است [۱۶]. آرسنیک معدنی در مقایسه با آرسنیک آلی[۱۳] سمیت بیشتری دارد و در روش‌های غیر کروماتوگرافی، جداسازی آرسنیک معدنی نسبت به آرسنیک آلی ساده‌تر است. در این زمینه، طیف‌سنجی فلورسانس اتمی تولید هیدرید[۱۴]، طیف‌سنجی جرمی پلاسمایی جفت شده القایی تولید هیدرید[۱۵] [۱۸ و ۱۹] و طیف‌سنجی جذب اتمی تولید هیدرید[۱۶] [۲۰]، می‌توانند برای تعیین دقیق iAs (آرسنیک معدنی) استفاده شوند. همچنین برای اندازه‌گیری عناصر با غلظت در این حد پایین، می‌توان از جذب اتمی کوره گرافیتی نیز استفاده کرد، اما این روش با وجود مزیت‌های فراوانی که دارد، به نسبت گران و وقت‌گیر است [۲۱]. اما در این بین، روش تولید هیدرید توانسته است حساسیت به نسبت خوبی را در اندازه‌گیری این عناصر، با بهره‌مندی از ویژگی بالقوه‌ای که این عناصر در تولید هیدریدهای کووالانسی فرار دارند، نشان دهد.

هولاک[۱۷] اولین بار As را با تبدیل به هیدرید آن (AsH3) اندازه‌گیری کرد. او در این آزمایش، (AsH3) را در نیتروژن مایع جمع کرد و سپس با گرم کردن ظرف محتوی آن، هیدرید فرار As را به کمک گاز حامل N2 به داخل شعله فرستاد. او با انجام این کار توانست تداخل مزاحمت بافت نمونه را تا حد زیادی کاهش دهد [۲۲ و ۲۳].

تولید هیدرید شامل تبدیل آنالیت به ترکیبات فرار از طریق واکنش با یک عامل کاهنده به‌طور معمول بوروهیدرید سدیم[۱۸] در محیط اسیدی، اسید هیدروکلریک[۱۹] است. پاسخ‌های متفاوتی با توجه به عملکرد تولید هیدرید به‌عنوان تابعی از غلظت (NaBH4) و (HCl) به‌دست آمده است. در محیط کاهنده و در میان اسید قوی هیدروکلریک اسید، iAs به‌طور موثر به As (III) کاهش می‌یابد که به دنبال آن آرسین[۲۰] تولید می‌شود. در چنین شرایطی، تولید هیدریدهای دی متیل آرسنیک[۲۱] به‌طور چشمگیری کاهش می‌یابد.

طیف‌سنجی جذب اتمی بخار هیدرید

ترکیب سیستم تولیدکننده هیدرید[۲۲] با دستگاه جذب اتمی[۲۳] روشی حساس برای اندازه‌گیری آثار (ppb) عنصرهایی چون آرسنیک، بیسموت، ژرمانیوم، سرب، آنتیموان، قلع و تلوریوم است. اندازه‌گیری عناصر ذکر شده با استفاده از طیف‌سنجی جذب اتمی بخار هیدرید را می‌توان شامل چهار مرحله دانست:

۱. تولید هیدرید؛
۲. جمع‌آوری هیدریدها؛
۳. انتقال هیدریدها به اتمی‌کننده؛
۴. متلاشی شدن هیدریدها به حالت گازی و اتمی شدن آنها در اتمی کننده و در نهایت، اندازه‌گیری.

عنصرهایی که تشکیل هیدرید داده و به‌طور معمول با طیف‌سنجی جذب اتمی بخار هیدرید تعیین می‌شوند عبارتند از: تلوریوم، ایندیوم، سلنیوم، آنتیموان، سرب، ژرمانیوم، بیسموت، آرسنیک، قلع و کادمیوم که این عناصر می‌توانند بعد از واکنش با سدیم بور هیدرات، تولید هیدریدهای فرار کنند. بیشتر هیدریدهای فرار پایدار نیستند و پایدار کردن آنها نیز کاری بسیار دشوار است. فوجیتا[۲۴] و تاکادا[۲۵] پایداری آرسنیک، بیسموت و آنتیموان را مطالعه کردند و دریافتند، اگرچه هیدریدهای آرسنیک و آنتیموان به نسبت پایدار هستند اما بیسموت در دمای اتاق هم پایدار نیست [۲۴ و ۲۵].

تولید هیدریدهای فرار

برای تبدیل عناصر به هیدریدهای آنها، عوامل کاهش دهنده و منابع متفاوتی از هیدروژن نوزاد از جمله:کلرید قلع/هیدروکلریک اسید پتاسیم یدید، روی/هیدروکلریک اسید، سدیم بورهیدرید ومنیزیوم/هیدروکلریک اسید - تیتانیوم کلراید پیشنهاد شده‌است؛ واکنشی که از ترکیب اسید/فلز هیدرید تولید می‌شود در ذیل آمده است:

واکنش (۱)
$$Zn + 2H_3O^+ \longrightarrow Zn^{2+} + 2H_2O + 2H^\bullet$$

واکنش (۲)
$$A^{m+} + (m+n)\,H^\bullet \longrightarrow AH_n + mH^+$$

که در واکنش (۲)، Am^+ آنالیت است.

سدیم بوروهیدرید ترکیبی با استعداد ویژه است که به‌طور گسترده برای تولید هیدریدها به کار می‌رود و فرض شده‌است که تولید هیدروژن نوزاد از هیدرولیز اسیدی سدیم بور هیدرات صورت می‌گیرد؛ با این فرض، تولید هیدریدها به‌صورت زیر است:

واکنش (۳)
$$NaBH_4 + 3H_2O + HCl \longrightarrow H_3BO_3 + NaCl + 8H^\bullet \xrightarrow{A^{m+}} AH_n + H_2\uparrow$$

نظریه‌های حامی نظریه مخالف هیدروژن نوزاد بیان می‌کنند که هیدرید، از واکنش آنالیت با برخی از حد واسطهای هیدروبوران بوجود می‌آید که این واکنش‌ها به‌صورت زیر است:

واکنش (۴)
$$THB + H_3O^+ + 2H_2O \longrightarrow \text{حدواسط} \longrightarrow H_3BO_3 + H_2$$
هیدرید ← آنالیت+ سدیم بور هیدرات/حدواسط

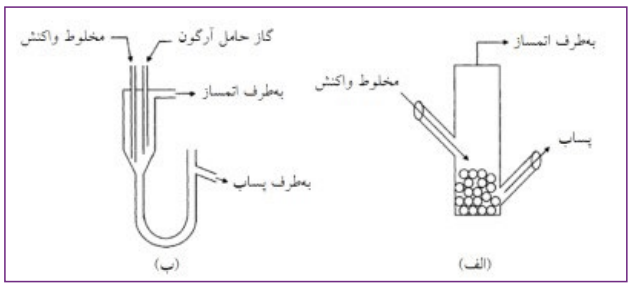
هیدریدها را می‌توان از طریق روش الکتروشیمیایی تولید هیدرید[۲۶] نیز تولید کرد. در این روش، هیدرید در کاتد و در یک سل الکترولیت تولید می‌شود و این فرآیند در دو مرحله به‌صورت پی‌درپی و به شکل زیر اتفاق می‌افتد:

واکنش (۵)
$$A^{+m} + me^- \longrightarrow A^\circ$$

واکنش (۶)
$$A^\circ + nH^\bullet \longrightarrow AH_n$$

در واکنش (۶)، (H) اتم هیدروژن است که از جذب سطحی H یا کاهش H_3O و یا از کاهش H_2O تولید می‌شود.

قبل از ورود با استفاده از آشکارسازی، هیدریدها باید از محلول نمونه جدا شوند. در سیستم پیمانه‌ای، با دمش گاز حامل و یا هم‌زدن مخلوط در ظرف واکنش، هیدریدهای گازی از فاز مایع جدا می‌شوند. در سیستم جریان پیوسته، یک جدا کننده فاز، مانند جدا کننده گاز - مایع (شکل (۱))، یا جدا کننده غشایی، استفاده می‌شود. جریان گاز ورودی مقدار قابل ملاحظه‌ای بخار آب نیز دارد، که می‌تواند در دیواره‌های لوله متراکم شده و عملکرد سیستم تولید هیدرید را مختل کند. لذا، حذف رطوبت به‌طور معمول، ضروری است. آب را می‌توان با استفاده از عوامل خشک کننده مختلف، به‌عنوان مثال، اسید سولفوریک غلیظ و لوله‌های خشک کننده پرشده با پرکلرات منیزیم بدون آب یا کلرید کلسیم بدون آب، حذف کرد؛ اما باید توجه نمود که هیدریدهای ناپایدار، درون لوله خشک کننده تخریب نشوند.



شکل (۱): دو نوع جداکننده گاز - مایع مختلف مورد استفاده در روش تولید هیدرید. نوع (الف): مخلوط واکنش و گاز حامل از پیش با یکدیگر مخلوط می‌شوند. در نوع (ب): مخلوط واکنش و گاز حامل هر یک به‌طور جداگانه وارد می‌شوند [۲۶].

برطرف کردن مزاحمت‌ها

■ برطرف کردن عوامل ایجاد کننده مزاحمت‌های طیفی

به‌طور معمول، مزاحمت‌های طیفی در اثر حضور مولکول‌های ناشی از نمونه و همچنین در اثر حضور مولکول‌های موجود در شعله، که ناشی از سوخت هستند، ایجاد می‌شوند. برای تصحیح این مزاحمت‌ها، از روش‌های خاصی مانند تصحیح زمینه زیمان، استفاده از لامپ D2 و غیره استفاده می‌شود. در اینجا سوالی مطرح می‌شود که آیا در دستگاه اندازه‌گیری طیف‌سنجی جذب اتمی تولید هیدرید جریان پیوسته[۲۷]، انجام تصحیح زمینه برای رفع مزاحمت‌های طیفی ضروریست یا خیر؟

بی‌گمان، بکارگیری این روش‌ها در این روش اندازه‌گیری غیرضروری است چرا که از ویژگی‌های دستگاه CF-HG-AAS این است که در این دستگاه، دیگر از حضور مولکول‌های مزاحم که طول موج جذبی خیلی از آنها هم کمتر از ۲۰۰ نانومتر است و این طول موج جذبی نزدیک طول موج‌های جذبی عناصر تشکیل دهنده هیدرید است، خبری نیست. این بدان علت است که مولکول‌های مزاحم نمی‌توانند وارد محیط اندازه‌گیری یا اتم‌ساز شوند، چرا که در این دستگاه، اولاً اتم‌سازی‌ها در داخل سل کوارتز انجام می‌شوند و از محیط شعله مجزا است و گازهای شعله نمی‌توانند وارد اتم‌ساز شوند و دیگر اینکه چون هیدرید آنالیت‌ها با استفاده از دستگاه HG-CF از بافت جدا می‌شوند و سپس به داخل اتم‌ساز فرستاده می‌شوند، لذا حضور مولکول‌های مزاحم موجود در ماتریکس نمونه در داخل محیط اتم‌سازی و اندازه‌گیری قابل تصور نیست. لذا در تمام اندازه‌گیری‌ها، لامپ دوتریم که با هدف تصحیح مزاحمت مولکول‌های مزاحم در داخل AAS قرار داده شده‌است، غیرفعال شد. چراکه با توجه به توضیحات بالا، روشن بودن آن غیرضروری است.

■ برطرف کردن عوامل ایجاد کننده مزاحمت‌های شیمیایی

در اندازه‌گیری آرسنیک در حد ppb، مزاحمت‌های یون‌های واسطه می‌توانند به‌عنوان یک مزاحمت نه چندان جدی مطرح شوند. مزاحمت یون‌های واسطه، اگر جدی شود، می‌تواند باعث ایجاد خطاهای مثبت شود. از جمله یون‌هایی که گمان می‌رود این مزاحمت‌ها را به وجود آورند، عبارتند از: کادمیوم، آهن، کبالت و نقره، که برای رفع مزاحمت آنها از محلول پتاسیم یدید استفاده می‌شود.

■ برطرف کردن عوامل ایجاد کننده مزاحمت‌های سینتیکی

مزاحمت‌های سینتیکی در دستگاه CF-HG-AAS در اثر تغییرات سرعت‌های تشکیل یا آزاد شدن هیدرید از محلول بوجود می‌آیند؛ یعنی عواملی که باعث می‌شوند تا سرعت تشکیل هیدرید کاهش پیدا کند یا اینکه هیدریدهای تشکیل شده در اثر عواملی دیرتر از مدت زمانی که برای اندازه‌گیری در نظر گرفته شده، به داخل اتم‌ساز وارد شوند که در پایان، غلظتی از آنالیت که اندازه‌گیری می‌شود، مقدار واقعی آن نبوده و دقت و صحت آزمایش مورد تردید خواهد بود. یکی دیگر از عواملی که تصور می‌شود می‌تواند باعث خطاهای سینتیکی و یا دیرتر رسیدن هیدرید آنالیت‌ها به اتم‌ساز شود، هضم نامناسب نمونه است، چرا که اگر نمونه به‌طور کامل هضم نشود، جداشدن هیدرید از بافت نمونه با تاخیر صورت خواهد گرفت، سوالی که مطرح می‌شود این است که از چه راهی پی برده می‌شود، نمونه به‌طور کامل هضم نشده‌است؟ از جمله نشانه‌هایی که هضم نامناسب نمونه را نمایان می‌کند این است که وقتی نمونه با ترکیب HCl و $NaBH_4$ به داخل جداکننده گاز از مایع وارد می‌شود، در آنجا کف غلیظی را ایجاد می‌کنند و نتایجی هم که در اثر اندازه‌گیری آنالیت در این نمونه‌ها به‌دست می‌آمد، نتایجی دور از انتظار هستند.

نتیجه‌گیری

اندازه‌گیری آرسنیک به‌عنوان فلزی سمی در برنج، از اهمیت بالایی برخوردار است و مقادیر آرسنیک در برنج‌های مختلف به عوامل متعددی چون وضعیت جغرافیایی منطقه کشت، ویژگی خاک، وضعیت صنعتی منطقه و غیره بستگی دارد. دستگاه جذب اتمی تولید هیدرید، روش مناسبی برای اندازه‌گیری آرسنیک در برنج است. مزیت اصلی اسپکترومتری جذب اتمی غیر شعله‌ای، حساسیت بالای آن بوده که قادر است نمونه‌های بسیار کم در حد میکرولیتر را بررسی کند. همچنین در این روش، شکستن پیوندهای موجود در ساختار، به مراتب راحت‌تر از ساختارهای غیرهیدریدی است؛ بنابراین، به شکل‌های مختلف به‌عنوان مثال، ایجاد هیدریدهای فرار این عناصر با استفاده از یک سیستم اتم‌کننده خاص، مشکل تشکیل هیدرید فرار برطرف می‌شود. در این روش، به‌طور معمول به عملیات قبلی روی نمونه که باعث خطای تجزیه‌ای می‌شود نیازی نیست؛ از این رو، برای تجزیه‌های بالینی مفید است.

پی‌نوشت

۱. کارشناسی ارشد شیمی تجزیه، آزمایشگاه پارسیان بهینه پایش

2. Arsenic (As)

3. Hydride generation atomic absorption spectroscopy (HGAAS)

4. International Agency for Research on Cancer (IARC)

5. World Health Organization (WHO)

6. Food and Agriculture Organization (FAO/CODEX)

7. Maximum Limit

8. Inorganic Arsenic (iAs)

9. European Food Safety Authority (EFSA)

10. European Union (EU)

11. High-performance liquid chromatography (HPLC)

12. Inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS)

13. Organic Arsenic (oAs)

14. Hydride generation atomic fluorescence spectrometry (HG-AFS)

15. Hydride generation Inductively coupled plasma mass spectrometry (HG-ICP-MS)

16. Hydride generation atomic absorption spectroscopy (HG-AAS)

17. Hoolak

18. Sodium borohydride (NaBH4)

19. Hydrochloric Acid (HCl)

20. ARSINE (AsH3)

21. Dimethyl arsinic acid (DMA)

22. Hydride generation (HG)

23. Atomic absorption spectroscopy (AAS)

24. Fujeeta

25. Takada

26. Electrochemical hydride generation (EcHG)

27.Continuous flow hydride generation atomic absorption spectrometry (CF-HG-AAS)

مراجع

[1] M. Malakootian, K. Yaghmaeian, M. Meserghani , A. Mahvi. Determination of Pb, Cd, Cr and Ni concentration in imported Indian rice to Iran. IJHE. (2011);4(1):77-84.

[2] M. Shokrzadeh, F. Fathalinezhad, E. Khoshvishkaie .Concentrations of Heavy Metals (Cr, Cd, Pb) in Three Types of Rice in AstanehAshrafieh, Iran. Journal of Mazandaran University of Medical Sciences. (2017) ;26(146):196-200.

[3] R. Hedayatifar, E. Falahi, M. Birjandi. Determination of cadmium and lead levels in high consumed rice (Oryza Sativa L.) cultivated in Lorestan province and its comparison with national standards. yafte. (2011); 12 (4):15-22.

[4] G.-X. Sun, P. N. Williams, Y.- G. Zhu, C. Deacon, A-M. Carey, A. Raab, J. Feldmann, A. A. Meharg, Survey of arsenic and its speciation in rice products such as breakfast cereals, rice crackers and Japanese rice condiments, Environ. Int. 35 (2009) 35 – 473. http://dx.doi.org/10.1016/j.envint.2008.07.020.

[5] WHO (World Health Organization). Healt topics. http://www.who.int/topics/arsenic/en/. Acessed on October 31, 2016.

[6] Ismunandar 2007 Popular Chemistry: From the Case of Mercury to the Sun's energy ITB Bandung.

[7] Sambel D T 2015 Environmental Toxicology CV Andi Offset Yogyakarta 1: 13-115.

[8] Magos L Tin. In: Friberg L, Nordberg GF, Vouk V, eds. Handbook on the toxicology of metals, 2nd ed. Amsterdam, Elsevier Science Publishers, (1986).

[9] WHO 2011 Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives Evaluation of Certain Contaminants in Food: 51-52.

[10] Maekawa M 1998 Recent Information on Anthocyanin Pigmentation Rice Genetics The Journal of Agriculture 32 (13): 25-26.

[11] WHO 2011 Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives Evaluation of Certain Contaminants in Food: 51-52.

[12] S. McSheehy, J. Szpunar, R. Morabito, P. Quevauviller, The speciation of arsenic in biological tissues and the certification of reference materials for quality control. Trends in Analytical Chemistry, Vol. 22, (2003).

[13] S. Munera-Picazo, F. Burló, Á. A. Carbonell-Barrachina, Arsenic speciation in rice-based food for adults with celiac disease. Food Addit. Contam. Part A 31 (2014) 1358–1356. http://dx.doi.org 10.1080/19440049.2014.933491.

[14] A. A Meharg,, G. Sun, P. N. Williams, E. Adomako, C. Deacon, Y.- G. Zhu, J. Feldmann, A. Raab, Inorganic arsenic levels in baby rice are of concern, Environ. Pollut. 152 (2008) 746–749. http://dx.doi.org/10.1016/j.envpol.2008.01.043.

[15] J. M. de Oliveira Souza, E. Silva De Paula, A. da Cunha Martins Jr., A. C. Cavalheiro Paulelli, F. Barbosa Jr., B. Lemos Batista. Arsenic speciation in Brazilian rice grains organically and traditionally cultivated: Is there any difference in arsenic content? Food Res. Int. 89 (2016) 169-176.

[16] T. Llorente-Mirandes, J. Calderón, F. Centrich, R. Rubio, J. López-Sánchez, A need for determination of arsenic species at low levels in cereal-based food and infant cereals. Validation of a method by IC-ICPMS, Food Chem. 147 (2014) 377 – 385. http://dx.doi.org/10.1016/j.foodchem.2013.09.138

[17] B. Chen, W. T. Corns, P. B. Stockwell, J.- H. Huang, Accurate fast screening for total and inorganic arsenic in rice grains using hydride generation atomic fluorescence spectrometry (HGAFS), Anal. Meth. 6 (2014) 7554–7558. DOI: 10.1039/C4AY00858.

[18] S. Musil, Á. H. Pétursdóttir, A. Raab, H. Gunnlaugsdóttir, E. Krupp, J. Feldmann, Speciation without chromatography using selective hydride generation: Inorganic arsenic in rice and samples of marine origin, Anal. Chem. 86 (2014) 993-999. DOI: 10.1021/ac403438c.

[19] A. H. Petursdottir, N. Friedrich, S. Musil, A. Raab, H. Gunnlaugsdottir, E. Krupp, J. Feldmann, Hydride generation ICP-MS as a simple method for determination of inorganic arsenic in rice for routine biomonitoring, Anal. Meth. 6 (2014) 5392– 5396. DOI: 10.1039/C4AY00423J.

[20] C. Cerveira, D. Pozebon, D. P. Moraes, J. C. Silva de Fraga, Speciation of inorganic arsenic in rice using hydride generation atomic absorption spectrometry (HGAAS), Anal. Meth. 7 (2015) 4528– 4534. DOI: 10.1039/c5ay00563a.

[21] Lauri H.J.LAJUNEN, Spectrchemical analysis by atomic absorption and emission.

[22] Oktay Cankur, On-Line Preconcentration Of Vapor Forming Elements On Resistively Heated W-Coil Prior To Their Determination By Atomic Absorption spectrometry (2004) .

[23] A.Ramesh Kumar and P.Riyazuddin, Mechanism of Volatile Hydride Formation and Their Atomization in Hydride Generation Atomic Absorption Spectrometry,analyticalscinces VOL21, (2005).

[24] Oktay Cankur, On-Line Preconcentration Of Vapor Forming Elements On Resistively Heated W-Coil Prior To Their Determination By Atomic Absorption spectrometry (2004).

[25] A.Ramesh Kumar and P.Riyazuddin, Mechanism of Volatile Hydride Formation and Their Atomization in Hydride Generation Atomic Absorption Spectrometry,analyticalscinces VOL21, (2005).

[26] https://www.maadazma.com/

نویسندگان
پروین هادیان[۱و۲*]
*parvinhadian@gmail.com

بخش اول

انواع نشانگرها در میکروسکوپ روبشی لیزری هم‌کانون

چکیده

میکروسکوپ روبشی لیزری هم‌کانون به شدت به فلورسانس، به‌عنوان پایه تصویربرداری متکی است، حساسیت بالای این روش و قابلیت هدف قرار دادن اجزای ساختاری و فرآیندهای دینامیکی نمونه مانند سلول‌ها و بافت‌های زنده تثبیت شده، نشان دهنده اهمیت بالای این موضوع است. بسیاری از نشانگرهای فلورسنت با استفاده از مواد شیمیایی آلی آروماتیک سنتز می‌شوند که برای اتصال به یک ماکرومولکول زیستی (مانند پروتئین یا اسید نوکلئیک) یا برای قرار گرفتن در یک منطقه ساختاری خاص مانند اسکلت سلولی، میتوکندری، دستگاه گلژی، شبکه آندوپلاسمی و یا هسته طراحی می‌شوند. همچنین نشانگرهای دیگر برای نظارت بر فرآیندهای دینامیکی و متغیرهای محیطی محلی، از جمله غلظت یون‌های فلزی، pH، گونه‌های اکسیژن فعال و پتانسیل غشایی استفاده می‌شوند. رنگ‌های فلورسنت در نظارت بر یکپارچگی سلولی (زنده در مقابل مرده یا آپوپتوز)، اندوسیتوز، اگزوسیتوز، سیالیت غشاء، انتقال پروتئین، انتقال سیگنال و فعالیت آنزیمی مفید هستند. علاوه‌بر این، نشانگرهای فلورسنت به‌طور گسترده برای نقشه‌برداری ژنتیکی و تجزیه و تحلیل کروموزوم در زمینه ژنتیک مولکولی استفاده می‌شوند.

واژه‌های کلیدی

میکروسکوپ روبشی لیزری هم‌کانون، فلورسنت، نشانگرهای فلورسنت.

مقدمه

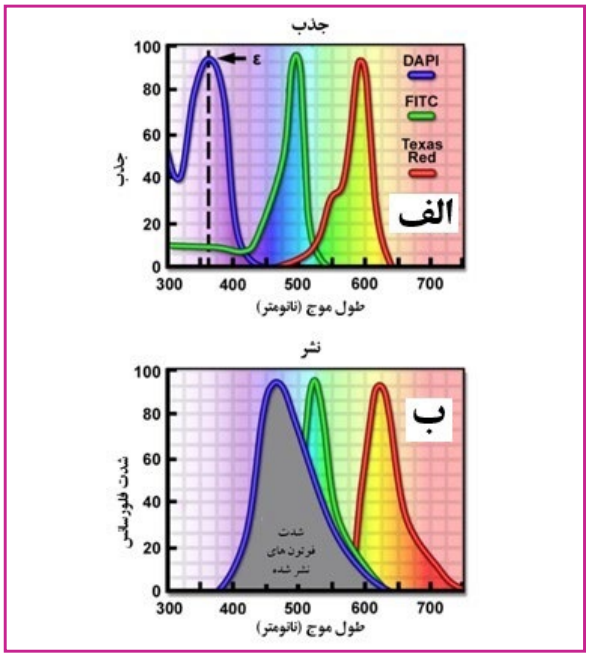
تاریخچه نشانگرهای فلورسنت مصنوعی به اواخر دهه ۱۸۰۰ باز می‌گردد، بسیاری از رنگ‌های مورد استفاده در بافت‌شناسی مدرن در آن زمان توسعه یافتند. از این میان می‌توان به پارا روزانیلین، متیل ویولت، مالاشیت گرین، سافرانین O[۳]، متیلن بلو و رنگ‌های آزو (نیتروژن) متعدد مانند قهوه‌ای بیسمارک اشاره کرد. اگرچه این نشانگرها بسیار رنگی بودند و می‌توانستند نوارهایی از نور مرئی را جذب کنند، اما بیشتر آنها فلورسنت ضعیفی داشتند و برای میکروسکوپ‌های مبتنی بر فلورسنت که چندین دهه بعد ساخته شدند، مفید نبودند. با این حال، در این دوره، چندین رنگ مصنوعی بر پایه حلقه‌های هتروسیکل گزانتن و آکریدین سنتز شدند که دارای فلورسنت بسیار شدیدی هستند و زمینه‌ای برای توسعه نشانگرهای فلورسنت مصنوعی مدرن فراهم آوردند. در این میان، قابل توجه‌ترین رنگ‌های فلورسنت اولیه، گزانتن‌های جایگزین، فلورسین، رودامین B[۴] و آکریدین نارنجی بودند [۱].

رنگ‌های فلورسنت در اوایل قرن بیستم به‌عنوان رنگ‌های حیاتی برای تصویربرداری از باکتری‌ها، تک یاخته‌ها و تریپانوزوم‌ها با استفاده از میکروسکوپ فلورسنت معرفی شدند، اما تا سال ۱۹۲۰ که این میکروسکوپ برای اولین بار برای مطالعه اتصال رنگ در بافت‌های ثابت و سلول‌های زنده مورد استفاده قرار گرفت، استفاده گسترده‌ای از آن مشاهده نشد [۲]. با این حال، در اوایل دهه ۱۹۴۰ بود که آلبرت کونز[۵] روشی را برای نشان‌دار کردن آنتی‌بادی‌ها با استفاده از رنگ‌های فلورسنت ابداع کرد و در نتیجه، زمینه گسترش علم ایمونوفلورسانس را فراهم نمود [۳]. در طول ۶۰ سال گذشته، پیشرفت‌ها در ایمونولوژی و زیست‌شناسی سلولی مولکولی طیف گسترده‌ای از آنتی‌بادی‌های ثانویه را تولید کرده و بینشی را در مورد طراحی مولکولی ردیاب‌های فلورسنت که در مناطق خاصی از کمپلکس‌های ماکرومولکولی هدف قرار می‌گیرند، ارائه کرده است.

ارتباط فناوری نشانگرهای فلورسنت و علم زیست‌شناسی سلولی مولکولی با کشف پروتئین سبز فلورسنت[۶] استخراج شده از عروس دریایی و توسعه انواع باندهای طیفی جهش یافته آن، به‌طور چشمگیری تغییر یافت [۴]. اخیراً نیز توسعه نقاط کوانتومی نیمه‌هادی فلورسنت کننده با اندازه نانومتری، راه جدیدی را برای تحقیق در میکروسکوپ روبشی لیزری هم‌کانون و میدان وسیع فراهم کرده است [۵]. علیرغم پیشرفت‌های متعدد در سنتز رنگ‌های فلورسنت در چند دهه گذشته، شواهد بسیار کمی در مورد قوانین طراحی مولکولی برای توسعه نشانگرهای جدید، به ویژه با توجه به تطبیق طیف‌های جذبی با طول موج‌های تحریک لیزر هم‌کانون وجود دارد. در نتیجه، تعداد نشانگرهایی که کاربرد گسترده‌ای در میکروسکوپ هم‌کانون پیدا کرده‌اند، زیرمجموعه محدودی از هزاران کشف انجام شده‌است.

ویژگی‌های اساسی نشانگرها

نشانگرها با توجه به ویژگی‌های جذب و فلورسانس، از جمله پروفایل‌های طیفی، طول موج‌های بیشینه جذب، نشر و شدت فلورسانس ساطع شده، فهرست‌بندی و توصیف می‌شوند [۶]. یکی از مفیدترین عوامل کمّی برای مشخص کردن طیف‌های جذب، ضریب خاموشی مولی است که با نماد یونانی (ε) نشان داده می‌شود (شکل (۱)) که معیار مستقیمی از توانایی یک مولکول برای جذب نور است. ضریب خاموشی برای تبدیل واحد جذب به واحد غلظت مولی مفید است و با اندازه‌گیری جذب در طول موج مرجع (به‌طور معمول بیشینه، مشخصه گونه‌های جذب‌کننده)، غلظت مولی در طول مسیر نوری مشخص تعیین می‌شود.



شکل (۱): پروفایل‌های طیفی جذب و نشر نرمال شده فلورسنت نشانگرهای مصنوعی پرکاربرد، به‌عنوان تابعی از طول موج. (الف): طیف‌های تحریک و (ب): طیف‌های نشری برای نشانگرهای شکل (الف) [۱].

بازده کوانتومی یک نشانگر، اندازه کمّی از بازده نشر فلورسانس است و به‌عنوان نسبت تعداد فوتون‌های ساطع شده به تعداد فوتون‌های جذب شده بیان می‌شود. به عبارت دیگر، بازده کوانتومی نشان‌دهنده احتمال نشر یک فوتون گسیل شده (فلورسانس) بر اثر تحریک معین است. بازده کوانتومی به‌طور معمول بین مقدار صفر و یک متغیر است و مولکول‌های فلورسنت که بیشتر به‌عنوان نشانگر در میکروسکوپ به کار می‌روند، دارای بازده کوانتومی از بسیار کم (۰/۰۵ یا کمتر) تا نزدیک به واحد هستند. به‌طور کلی، بازده کوانتومی بالا در بیشتر کاربردهای تصویربرداری، مطلوب است. بازده کوانتومی نشانگرهای

معین در اثر عوامل محیطی بسیاری مانند غلظت یون فلزی، pH و قطبیت حلال، گاهی تا حد زیادی متفاوت می‌شود [۶].

در بیشتر موارد، ضریب خاموشی مولی برای جذب فوتون به‌صورت اندازه‌گیری کمّی و در یک طول موج مشخص بیان می‌شود، در حالی که بازده کوانتومی، ارزیابی کلی از انتشار فوتون‌های یکپارچه در کل باند طیفی نشانگر است (شکل (۱-ب)). برخلاف لامپ‌های قوس الکتریکی که با فیلترهای تداخلی، باندهای کوچکی از آن به‌منظور استفاده در میکروسکوپ فلورسانس میدان گسترده استفاده می‌شوند، سیستم‌های لیزری مورد استفاده در میکروسکوپ هم‌کانون، تحریک را به خطوط طیفی لیزری خاصی محدود می‌کنند که پهنایی در حد چند نانومتر دارد [۱]. طیف نشر فلورسانس برای هر دو منبع تحریک، با فیلترهای باند یا طولانی‌گذر مشابه کنترل می‌شود که می‌تواند ده‌ها تا صدها نانومتر را پوشش دهد. در زیر سطوح اشباع، شدت فلورسانس با حاصلضرب ضریب خاموشی مولی و بازده کوانتومی نشانگر متناسب است، رابطه‌ای که می‌تواند برای قضاوت در مورد اثربخشی نشر به‌عنوان تابعی از طول موج(های) تحریک استفاده شود. به‌طور کلی، طیف جذب یک نشانگر بسیار کمتر به شرایط محیطی نسبت به طیف نشری فلورسانس وابسته است [۶].

نشانگرهایی که برای کاربردهای میکروسکوپ هم‌کانون انتخاب می‌شوند باید سطح روشنایی و سیگنال به اندازه کافی پایداری را برای دستگاه فراهم کنند تا داده‌های تصویری، عاری از اثرات ناخواسته باشد، علاوه‌بر این، برخی اجزای دستگاه باعث کاهش شدت سیگنال می‌شوند. به‌عنوان مثال، دریچه هم‌کانونی میکروسکوپ که برای به‌دست آوردن لایه‌های نازک نوری نقش موثری ایفا می‌کنند، مسئول کاهش ۲۵ تا ۵۰ درصدی شدت انتشار است، صرف نظر از اینکه چقدر تلاش برای تنظیم دقیق آن انجام شده باشد [۱]. همچنین آشکارسازهای فوتو مولتی‌پلایرتیوب متداول‌ترین آشکارسازها در میکروسکوپ هم‌کانون هستند، اما از بازده کوانتومی پایین رنج می‌برند که تابعی از طول موج است و منجر به از دست دادن سیگنال وابسته به طول موج در سراسر طیف نشری (به ویژه در نواحی قرمز و مادون قرمز) می‌شوند [۷]. در مجموع، تلفات نور در میکروسکوپ هم‌کانون می‌تواند منجر به کاهش بیش از ۵۰ برابر شدت در میکروسکوپ‌های فلورسانس میدان گسترده شود. با این استدلال روشن می‌شود که انتخاب نشانگر، یکی از حیاتی‌ترین جنبه‌های کار با میکروسکوپ هم‌کانون است و کارایی ابزار نیز باید به دقت در نظر گرفته شود تا تصاویر با کیفیت بالا تهیه شود.

همان‌طور که پیش‌تر بحث شد، توسعه نشانگرهای فلورسنت به دلیل عدم آگاهی از خواص مولکولی مسئول تولید فلورسانس بهینه، محدود شده‌است و قوانین طراحی به اندازه کافی درک نشده‌اند تا به‌عنوان راهنمای توسعه نشانگرهای کارآمدتر مفید باشند. موفقیت فعلی در توسعه نشانگرهای فلورسنت جدید که قادر به عملکرد رضایت‌بخش در میکروسکوپ هم‌کانون هستند، گواه بر پیشرفت حاصل از استفاده داده‌های تجربی و فرضیات، در مورد ساختار مولکولی است که بسیاری از آنها برای اولین بار بیش از صدها سال پیش سنتز شدند.

رنگ‌های فلورسنت سنتی

در انتخاب نشانگرهای فلورسنت برای میکروسکوپ هم‌کانون، باید به قابلیت‌های خاص دستگاه برای تحریک و تشخیص نشر فلورسانس در مناطق طول موجی که توسط سیستم‌های لیزری و آشکارسازها ایجاد می‌کنند، توجه داشت. اگرچه لیزرهای فعلی مورد استفاده در میکروسکوپ هم‌کانون (جدول (۱)) خطوط مجزایی در بخش‌های فرابنفش، مرئی و مادون قرمز نزدیک ایجاد می‌کنند، اما مکان این خطوط طیفی همیشه با بیشینه مقدار جذب نشانگرهای محبوب منطبق نیستند. البته لازم نیست که خط طیفی لیزر به‌طور دقیق با طول موج بیشینه جذب نشانگر مطابقت داشته باشد، شدت انتشار فلورسانس توسط ضریب خاموشی نشانگر در طول موج تحریک تنظیم می‌شود (همان‌طور که در بالا مطرح شد). محبوب‌ترین لیزرها برای میکروسکوپ هم‌کانون عبارتند از: لیزر آرگون خنک شده با هوا، لیزر یون کریپتون-آرگون، لیزرهای دیود آبی و انواع سیستم‌های هلیوم - نئون. در مجموع، این لیزرها قادر به تحریک در ده تا دوازده طول موج مشخص بین ۴۰۰ تا ۶۵۰ نانومتر هستند.

جدول (۱): خطوط طیفی لیزر و قوس الکتریکی در میکروسکوپ میدان گسترده و هم‌کانون [۱].

نوع لیزر	فرابنفش	بنفش	آبی	سبز	زرد	نارنجی	قرمز
یون آرگون	۳۶۴، ۳۵۱	-	۴۸۸، ۴۷۷ ۴۵۷،	-	-	-	-
دیود آبی	-	۴۴۰، ۴۰۵	-	-	-	-	-
دیود حالت جامد	۳۵۵	۴۴۲، ۴۳۰	۴۷۳، ۴۵۷	۵۳۲	۵۶۱	-	-
هلیوم - کادمیوم	۳۵۴، ۳۲۲	۴۴۲	-	-	-	-	-
کریپتون - آرگون	-	-	۴۸۸	-	۵۶۸	-	۶۴۷
هلیوم - نئون سبز	-	-	-	۵۴۳	-	-	-
هلیوم - نئون زرد	-	-	-	-	۵۹۴	-	-
هلیوم - نئون نارنجی	-	-	-	-	-	۶۱۲	-
هلیوم - نئون قرمز	-	-	-	-	-	-	۶۳۳
دیود قرمز	-	-	-	-	-	-	۶۵۰، ۶۳۵
لامپ جیوه	۳۶۵	۴۳۶، ۴۰۵	۵۴۶	-	۵۷۹	-	-
لامپ زنون	-	۴۶۷	-	-	-	-	-

بسیاری از نشانگرهای فلورسنت کلاسیک که سال‌ها با موفقیت در میکروسکوپ فلورسانس میدان گسترده مورد استفاده قرار گرفته‌اند [۲ و ۶]، از جمله فلورسین ایزوتیوسیانات، لیزامین، رودامین و قرمز تگزاس، در میکروسکوپ هم‌کانون نیز مفید هستند. فلورسین یکی از محبوب‌ترین نشانگرهایی است که تاکنون طراحی شده‌است و کاربرد گسترده‌ای در نشانه‌گذاری ایمونوفلورسانس دارد. این رنگ دارای حداکثر جذب در ۴۹۵ نانومتر است که به خوبی با خط طیفی ۴۸۸ نانومتری (آبی) تولید شده با لیزرهای آرگون و کریپتون - آرگون و همچنین خطوط اصلی ۴۳۶ و ۴۶۷ از لامپ‌های قوس الکتریکی جیوه و زنون منطبق است (به ترتیب). علاوه‌بر این، بازده کوانتومی فلورسین بسیار بالا است و اطلاعات قابل توجهی در مورد ویژگی‌های این رنگ با توجه به خواص فیزیکی و شیمیایی آن جمع‌آوری شده‌است [۸]. با این حال، شدت انتشار فلورسانس فلورسین به شدت تحت تأثیر عوامل محیطی (مانند pH) است و گستردگی طیف انتشار آن بیشتر در نشان‌گذاری دوگانه و سه‌گانه با سایر نشانگرها همپوشانی دارد.

تترا متیل رودامین[۷] و مشتق ایزوتیوسیانات[۸] به دلیل تحریک کارآمد آنها با خط طیفی ۵۴۶ نانومتری از لامپ‌های تخلیه قوس جیوه، بیشتر در تحقیقات نشان‌گذاری چندگانه در میکروسکوپ فلورسانس میدان وسیع استفاده می‌شوند. این نشانگرها با خطوط ۵۱۴ یا ۵۶۸ نانومتری از لیزرهای یون آرگون و لیزر کریپتون - آرگون تداخلی با فلورسین ندارند [۹] و همچنین، شدت انتشار فلورسانس مشتقات رودامین به شرایط محیطی نسبت به فلورسین، کمتر وابسته است.

تعدادی از رنگ‌های آکریدین که برای اولین بار در قرن نوزدهم جدا شدند، به‌عنوان نشانگرهای فلورسنت در میکروسکوپ هم‌کانون مورد استفاده قرار می‌گیرند [۲]. پرکاربردترین آنها، آکریدین نارنجی، شامل هسته اصلی آکریدین با جایگزین گروه عاملی دی متیل آمینو در موقعیت‌های ۳ و ۶ سیستم سه حلقه‌ای است. در محدوده pH فیزیولوژیکی، نیتروژن هتروسیکل پروتونه می‌شود و به‌طور عمده به‌عنوان یک گونه کاتیونی در محلول وجود دارد. آکریدین نارنجی با درهم‌آمیزی هسته آکریدین بین جفت‌های باز متوالی DNA به شدت متصل می‌شود و فلورسانس سبز را با حداکثر طول موج ۵۳۰ نانومتر نشان می‌دهد [۲ و ۶]. این نشانگر همچنین به RNA یا DNA تک رشته‌ای متصل می‌شود، اما زمانی که به این ماکرومولکول‌ها متصل می‌شود، طول موج بیشینه طولانی‌تر (به‌طور تقریبی ۶۴۰ نانومتر: قرمز) دارد. در سلول‌های زنده، آکریدین نارنجی در غشای سلولی پخش می‌شود (با مشارکت در پروتونه شدن) و در لیزوزوم‌ها و سایر وزیکول‌های اسیدی تجمع می‌یابد. مشابه بیشتر آکریدین‌ها و هتروسیکل‌های نیتروژنی چند هسته‌ای، آکریدین نارنجی دارای طیف جذب به نسبت گسترده‌ای است که امکان استفاده از این نشانگر را با چندین طول موج از لیزر یون آرگون فراهم می‌کند.

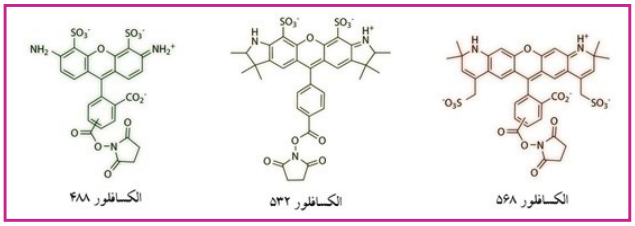
یکی دیگر از نشانگرهای سنتی محبوب که در میکروسکوپ هم‌کانون مورد استفاده قرار می‌گیرد، مشتقات فنانتیدین، پروپیدیوم یدید و اتیدیوم برماید است. پروپیدیوم یدید به روشی مشابه آکریدین‌ها (از طریق درونی) به DNA متصل می‌شود تا فلورسانس نارنجی - قرمز با طول موج ۶۱۷ نانومتر تولید کند [۱۰]. همچنین نشانگرهای دارای بار مثبت، میل ترکیبی بالایی برای اتصال به RNA دو رشته‌ای دارند. پروپیدیوم دارای بیشینه مقدار جذب در ۵۳۶ نانومتر است و می‌تواند با خطوط طیفی ۴۸۸ نانومتری یا ۵۱۴ نانومتری لیزر آرگون - یون (یا کریپتون - آرگون) یا خط ۵۴۳ نانومتری از لیزر هلیوم - نئون سبز تحریک شود. عوامل محیطی می‌توانند بر طیف فلورسانس پروپیدیوم تأثیر بگذارند، به ویژه هنگامی که رنگ با محیط‌های حاوی گلیسرول استفاده می‌شود. اتیدیوم برماید از نظر ساختاری مشابه پروپیدیوم یدید است و به شکل مشابه، به DNA متصل می‌شود [۱۰]، اما به دلیل رنگ پس زمینه بیشتری که ایجاد می‌کند، به اندازه پروپیدیوم موثر نیست.

DNA و کروماتین را نیز می‌توان با رنگ‌هایی که از بیرون به مارپیچ دوگانه متصل می‌شوند، رنگ‌آمیزی کرد. محبوب‌ترین نشانگرها در این دسته عبارتند از: ۴ و۶- دی آمیدینو-۲- فنیل ایندول[۹] و رنگ‌های بیس بنزیمید[۱۰] که با شماره‌های معینی مشخص می‌شوند. این نشانگرها به‌طور کامل محلول در آب هستند و از بیرون، به خوشه‌های جفت باز غنی از آدنین - تیمین در DNA دو رشته‌ای با افزایش چشمگیری در شدت فلورسانس متصل می‌شوند. هر دو رنگ را می‌توان با خط طیفی ۳۵۱ نانومتری لیزر پر قدرت یون آرگون یا خط ۳۵۴ نانومتری از لیزر هلیوم - کادمیم تحریک کرد. مشابه آکریدین‌ها و فنانتیدین‌ها، این نشانگرهای فلورسنت گزینه‌های محبوبی برای رنگ‌آمیزی هسته سلول در فرآیند رنگ‌آمیزی چندگانه هستند. تابش فلورسانس آبی ایجاد شده از این نشانگر با نشر سبز، زرد و قرمز نشانگرهای دیگر در ساختارهای سلولی، کنتراست چشمگیری ایجاد می‌کند.

رنگ‌های الکسافلور

پیشرفت‌های امروزی در فناوری نشانگرها، مرهون پروب‌های (ردیاب‌های) مولکولی مانند رنگ‌های الکسافلور است [۱۱]. این مشتقات سولفونات شده رودامین، بهره کوانتومی بالاتری برای نشر فلورسانس نسبت به پروب‌های مشابه خود دارند (شکل (۲)). علاوه‌بر این، پایداری نوری[۱۱] را تقویت می‌کنند، خطوط جذبی یکسان با خطوط لیزر دارند، به pH وابسته نیستند و به راحتی در آب حل می‌شوند. مقاومت به نور رنگ‌بری[۱۲] در رنگ‌های الکسافلور بسیار مورد توجه است، به طوری که چنانچه با منبع لیزری پرقدرتی تحریک شود، شدت فلورسانس ساطع شده از آن برای یک دوره زمانی طولانی باقی می‌ماند. این قابلیت، نشانگر الکسافلور را برای بررسی سلول‌های زنده و بافت‌های برش خورده با روش‌های سنتی آماده‌سازی، مجهز می‌کند.

رنگ‌های الکسافلور در محدوده وسیعی از طول موج‌ها (فرابنفش تا مادون قرمز نزدیک) تحریک شده و نشر دارند. نامگذاری رنگ‌های الکسافلور با نوشتن طول موج خطوط طیفی که موجب تحریک آنها می‌شود، انجام می‌گیرد. به‌عنوان مثال، الکسافلور ۴۸۸، برای تحریک در خط ۴۸۸ nm لیزر آرگون کریپتون و یا الکسافلور ۵۶۸ برای تحریک خط طیفی ۵۶۸ nm طراحی شده‌است.

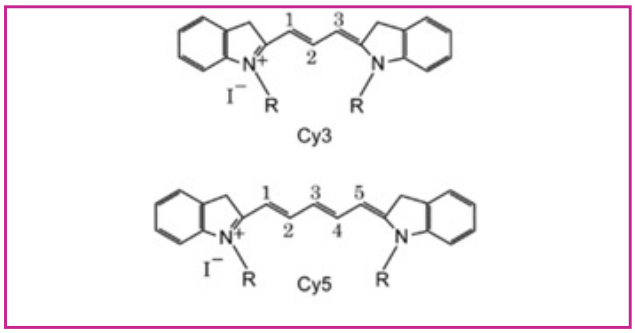


شکل (۲): ساختار مولکولی نشانگرهای الکسافلور. از چپ به راست: الکسافلور ۴۸۸، الکسافلور ۵۳۲ و الکسافلور ۵۶۸ [۱۳].

برخی از رنگ‌های الکسافلور به‌طور مشخص برای تحریک در ناحیه لیزر دیود آبی (۴۰۵ nm)، لیزر هلیوم - نئون زرد نارنجی (۵۹۴ nm) و یا لیزر هلیوم - نئون قرمز (۶۳۳ nm) طراحی و ساخته شده‌اند. از آنجایی که سری رنگ‌های الکسافلور در طول موج‌های زیادی وجود دارند، این امکان وجود دارد که برای نشان‌گذاری چندگانه، فقط از این رنگ‌ها استفاده شود. حتی خانواده‌ای از این پروب‌ها به‌طور دائم در حال گسترش هستند که با وجود طول موج تحریک نزدیک به هم، طیف‌های نشری متمایزی ایجاد می‌کنند. به‌عنوان مثال، الکسافلور ۴۸۸، الکسافلور ۵۰۰ و الکسافلور ۵۱۴ هر سه به‌طور عینی مشابه هم هستند و رنگ سبز روشن دارند، اما پروفایل طیف نشری آنها به‌طور کامل مجزا است. به اضافه اینکه، هر سه نشانگر می‌توانند با یک لیزر یون آرگون تحریک و به‌صورت تفکیک شده در کانال‌های مختلف آشکارسازی شوند.

رنگ‌های سیانین

خانواده رنگ‌های سیانین، Cy7، Cy5، Cy3، Cy2 و مشتقات آنها، از هسته هتروسیکل نیتروژن ایندول اشباع نشده با دو واحد آروماتیک که از طریق یک پل پلی آلکنی با تعداد کربن‌های متفاوت به هم متصل شده‌اند (شکل (۳))، تشکیل می‌شوند [۶]. این پروب‌ها پروفایل تحریک و انتشار فلورسانسی را مشابه بسیاری از رنگ‌های سنتی مانند فلورسین و تترا متیل رودامین از خود نشان می‌دهند، اما در آب حلالیت بالاتری دارند و پایداری نوری و بازده کوانتومی بالاتری نیز دارند. بیشتر رنگ‌های سیانین نسبت به رنگ‌های سنتی خود از نظر محیطی پایدارتر هستند و شدت انتشار فلورسانس آن‌ها حساسیت کمتری به pH و محیط آلی دارند. به روشی مشابه رنگ‌های الکسافلور، طول موج‌های تحریک سری سیانین به‌طور خاص برای استفاده با لیزرهای رایج و منابع تخلیه قوس تنظیم شده‌است و انتشار فلورسانس را می‌توان با ترکیب فیلترهای سنتی تشخیص داد.



شکل (۳): ساختار مولکولی دو نمونه از رنگ‌های سیانین [۱۴].

رنگ‌های سیانینی که در بازار عرضه می‌شوند، به راحتی به‌عنوان رنگ‌های واکنش‌پذیر یا فلوروفور همراه با طیف گسترده‌ای از آنتی‌بادی‌های ثانویه، دکسترین، استرپتاویدین و آویدین سفید تخم‌مرغ در دسترس هستند [۱۲]. رنگ‌های سیانین همگی دارای مناطق طیفی جذب وسیع‌تری نسبت به اعضای خانواده الکسافلور هستند، که آنها را در انتخاب منابع تحریک لیزری برای میکروسکوپ هم‌کانون تا حدودی متنوع‌تر می‌کند [۷]. به‌عنوان مثال، با استفاده از خط طیفی ۵۴۷ نانومتری یک لیزر یون آرگون، Cy2 به‌طور تقریبی دو برابر بیشتر از الکسافلور ۴۸۸ در انتشار فلورسانس کارآمد است. به روشی مشابه، خط لیزر یون آرگون ۵۱۴ نانومتری، Cy3 را با بازده بسیار بالاتری نسبت به الکسافلور ۵۴۶ تحریک می‌کند. مشخصات انتشار رنگ‌های سیانین از نظر عرض طیفی با سری الکسافلور قابل مقایسه است.

مشتقات Cy5 با طول موج بلند در سری رنگ‌های سیانین گنجانده می‌شود که در ناحیه قرمز (۶۵۰ نانومتر) برانگیخته شده و در طول موج‌های قرمز دور (۶۸۰ نانومتر) منتشر می‌شوند. نشانگر Cy5 به‌طور موثری با خط طیفی ۶۴۷ نانومتری لیزر کریپتون - آرگون، خط ۶۳۳ نانومتری لیزر هلیوم - نئون قرمز یا خط ۶۵۰ نانومتری لیزر دیود قرمز برانگیخته می‌شود و لذا دست را برای انتخاب نوع لیزر باز می‌گذارد. مشابه سایر نشانگرهای فلورسانس کننده در ناحیه طیفی مادون قرمز دور، Cy5 برای چشم انسان قابل مشاهده نیست و فقط به‌صورت الکترونیکی قابل تشخیص است (با استفاده از یک سیستم دوربین تخصصی یا مولتی‌پلایر نوری). بنابراین، این ردیاب به ندرت در آزمایش‌های فلورسانس میدان گسترده معمولی استفاده می‌شود.

در بخش دوم این مقاله، به انواع نشانگرهای فلورسنت کننده محیطی، نشانگرهای اندامک، نقاط کوانتومی و پروتئین‌های فلورسنت کننده به‌طور مفصل پرداخته خواهد شد.

نتیجه‌گیری

بسیاری از نشانگرهای سنتی که سال‌ها در کاربردهای میدان وسیع مفید بوده‌اند، زمانی که با خطوط طیفی لیزری با طول موج ثابت محدود می‌شوند، کیفیت پایینی دارند. امروزه مجموعه نشانگرهایی که در میکروسکوپ هم‌کانون سودمند هستند، به سرعت در حال رشد بوده و پیشرفت‌های مستمر در طراحی دستگاه، از سیستم‌های روبش دوگانه لیزری تا تصویربرداری چند طیفی، محدودیت‌های پیرامون این روش را کاهش داده است.

پی‌نوشت

۱. کارشناسی ارشد شیمی تجزیه، پژوهشگاه بیوتکنولوژی کشاورزی ایران
۲. عضو کارگروه تخصصی میکروسکوپ پروبی روبشی

3. Safranin O
4. Rhodamine B
5. Albert Coons
6. Green Fluorescent Protein (GFP)
7. Tetramethylrhodamine (TMR)
8. Tetramethylrhodamine (TRITC)
9. DAPI (4',6-diamidino-2-phenylindole)
10. Hoechst
11. Photostability
12. Photobleaching
13 A charge-coupled device (CCD)

مراجع

[1] Claxton, N.S.; Fellers, T.J.; Davidson, M.W. Laser scanning confocal microscopy. In Encyclopedia of Medical Devices and Instrumentation, 2nd ed.; Webster, J.G., Ed.; John Wiley & Sons, Inc.: Hoboken, NJ, USA, 2006; pp. 1–37.

[2] F. H. Kasten, Introduction to Fluorescent Probes: Properties, History, and Applications, in W. T. Mason (ed.), Fluorescent and Luminescent Probes for Biological Activity, New York: Academic Press, 17-39, 1999.

[3] A. H. Coons, H. J. Creech, R. N. Jones, and E. Berliner, Demonstration of Pneumococcal Antigen in Tissues by use of Fluorescent Antibody, J. Immunol., 45: 159- 170, 1942.

[4] R. Y. Tsien, Building and Breeding Molecules to Spy on Cells and Tumors, FEBS Letters, 579: 927-932, 2005.

[5] M. Bruchez, Jr., M. Moronne, P. Gin, S. Weiss, and A. P. Alivisatos, Semiconductor Nanocrystals as fluorescent Biological Labels, Science, 218: 2013-2016, 1998.

[6] I. Johnson, Fluorescent Probes for Living Cells, Histochem. J., 30: 123-140, 1998.

[7] K. R. Spring, Detectors for Fluorescence Microscopy, in A. Periasamy (ed.), Methods in Cellular Imaging, New York: Oxford University Press, 40-52, 2001.

[8] M. W. Wessendorf and T. C. Brelje, Which Fluorophore is Brightest. A Comparison of the Staining Obtained Using Fluorescein, Tetramethylrhodamine, Lissamine Rhodamine, Texas Red and Cyanine 3.18, Histochemistry, 98: 81-85, 1992.

[9] A. Entwistle and M. Noble, the use of Lucifer Yellow, BODIPY, FITC, TRITC, RITC and Texas Red for Dual Immunofluorescence Visualized with a Confocal Scanning Laser Microscope, Journal of

Microscopy, 168: 219-238, 1992.

[10] M. J. Waring, Complex Formation Between Ethidium Bromide and Nucleic Acids, J. Mol. Biol., 13: 269-282, 1965.

[11] R. P. Haugland, The Handbook: A Guide to Fluorescent Probes and Labeling Technologies, Chicago: Invitrogen Molecular Probes, 2005.

[12] B. Ballou, G. W. Fisher, A. S. Waggoner, D. L. Farkas, J. M. Reiland, R. Jaffe, B. Mujumdar, S. R. Mujumdar, and T. R. Hakala, Tumor Labeling in vivo using Cyanine-Conjugated Monoclonal

Antibodies, Cancer Immunol. Immunother., 41: 257-263, 1995.

[13] https://biotium.com/blog/cf-dyes-what-started-it-all-part-1-a-history-of-fluorescence

[14] https://en.wikipedia.org/wiki/Cyanine.

بررسی اندازه‌گیری اجزاء آروماتیک، اولفین و غیراشباع در انواع سوخت به روش کروماتوگرافی گازی با ستون کاپیلاری ۱۰۰ متری و قدرت تفکیک بالا

نویسنده
ابراهیم آتش‌بزرگ[1]
*Ebrahimatashbozorg@gmail.com

چکیده

تعیین مقدار ترکیبات افزودنی اکسیژن‌دار مانند اتانول، متیل ترت بوتیل اتر[2]، اتیل ترت بوتیل اتر[3] و همچنین ترکیبات آروماتیک مانند زایلن‌ها، بنزن و تولوئن در انواع سوخت موتور خودرو و سایر وسایل نقلیه برای کنترل کیفی و رعایت ملاحظات زیست محیطی بسیار مهم است. در این خصوص، استفاده از کروماتوگرافی گازی اهمیت بسیار زیادی دارد و اندازه‌گیری این ترکیبات فرار با این روش به سهولت انجام می‌شود. در زمینه روش استاندارد برای اندازه‌گیری ترکیبات ذکر شده در انواع سوخت با روش کروماتوگرافی گازی، از استاندارد ASTM D6729-20 استفاده می‌شود. کروماتورگرافی گازی یک روش تجزیه‌ای جداسازی برای ترکیبات فرار در فاز گازی است. در کروماتوگرافی گازی، اجزاء یک نمونه در یک حلال حل می‌شوند و برای جداسازی آنالیت، با توزیع نمونه بین دو فاز ثابت و متحرک تبخیر می‌شود. فاز متحرک یک گاز خنثی است که مولکول‌های آنالیت را در ستون گرم شده به حرکت در می‌آورد

واژه‌های کلیدی

کروماتوگرافی گازی، سوخت، هیدروکربن، آروماتیک، اولفین، جداسازی ترکیبات فرار، ETBE، MTBE، اکسیژنیت، گاز حامل.

مقدمه

کروماتوگرافی گازی یک روش فیزیکی برای جداسازی مخلوط‌های فرار است که از فاز متحرک برای برهم‌کنش با آنالیت استفاده نمی‌کند [۱]. کروماتوگرافی گازی برای تعیین اجزاء هیدورکربن به‌طور جداگانه در سوخت‌های موتور جرقه‌زن و مخلوط‌های آنها شامل مخلوط‌های اکسیژنیت[۴] (ETBE، MTBE، اتانول) با گستره نقطه جوش تا ۲۵۰°C به کار برده می‌شود. سایر مخلوط‌های هیدروکربن سبک مایع که بیشتر در کارهای تصفیه ترکیبات نفتی به کار می‌روند (به‌عنوان مثال، نفتاها، ریفورمیت‌ها، آلکیلات‌ها و غیره) نیز با استفاده از این روش قابل آنالیز هستند، هر چند داده‌های آماری فقط برای مخلوط سوخت موتورهای جرقه‌زن به‌دست آمده است. نتایج به‌دست آمده با این روش، گستره ۳۰ - ۰/۰۱ درصد جرمی را شامل می‌شود. همچنین با استفاده از این روش می‌توان مقدار متانول، اتانول، t-بوتانول، متیل ترت بوتیل اتر، اتیل ترت بوتیل اتر، ترت آمیل متیل اتر[۵] در سوخت موتورهای جرقه‌زن را در گستره ۱-۳۰ درصد جرمی اندازه‌گیری نمود. کاربرد ترکیب MTBE در سوخت بنزین، به‌عنوان افزایش دهنده درجه آرام‌سوزی موتور است. اگر چه بیشتر هیدروکربن‌های موجود در سوخت به‌صورت جداگانه مشخص شده‌اند، اما بعضی ترکیبات نیز وجود دارند که زمان شویش آنها با این ترکیبات یکسان است. در صورتی که این روش آزمون برای تخمین ترکیب گروه هیدروکربنی بالک[۶] (پونا[۷]) به کار برده شود، کاربر باید احتیاط کند که بعضی خطاها به دلیل هم شویشی[۸] و عدم شناسایی همه اجزاء موجود ممکن است رخ دهند. نمونه‌هایی که دارای مقادیر زیاد ترکیبات اولفینی یا نفتنی (مانند نفتاها) و یا هر دو، که شامل اجزای بالاتر از n-اکتان هستند، می‌توانند خطای قابل توجهی در گروه‌بندی آزمون پونا ایجاد کنند. برای نمونه‌های گازوییل در یک مطالعه بین آزمایشگاهی، این روش برای نمونه‌های حاوی کمتر از ۲۵ درصد جرمی اولفین قابل استفاده است. با این وجود، برخی هم شویشی‌های تداخل کننده در مورد اولفین‌های بالاتر از ۷°C وجود دارند، به‌خصوص اگر اجزاء مخلوط یا برش‌های نقطه جوش بالاتر آنها، مانند آنهایی که از کرکینگ کاتالیستی جریان مشتق و یا آنالیز شده باشند و یا اینکه مقدار کل اولفین دقیق نباشد. همچنین هنگام آنالیز نمونه‌ای بدون اولفین با این روش باید احتیاط شود زیرا ممکن است بخشی از پارافین‌ها به‌عنوان اولفین گزارش شوند در حالی که آنالیز، بر پایه زمان‌های بازداری اجزاء شویش یافته است.

مقدار کل اولفین در نمونه‌ها با روش آزمون D1319 برحسب درصد حجمی می‌تواند اندازه‌گیری شود. همچنین روش پونا (ASTM D6839) نیز می‌تواند مقدار کل اولفین‌ها را در اختیار قرار دهد. درصورت حضور آب، غلظت اولفین درصورت تمایل طبق روش استاندارد D1744 قابل اندازه‌گیری است. ترکیبات دیگر حاوی اکسیژن، گوگرد، نیتروژن و غیره نیز ممکن است در نمونه موجود باشند که در این صورت با هیدروکربن‌ها شویش داده می‌شوند. درصورت نیاز به اندازه‌گیری مقدار این ترکیبات، از روش‌های D4815 و D5599 برای ترکیبات اکسیژنیت و از روش D5623 برای ترکیبات گوگرد دار استفاده می‌شود. روش استاندارد ASTM D3606 برای اندازه‌گیری بنزن و تولوئن است اما ترکیبات اکسیژن‌دار را پوشش نمی‌دهد. روش استاندارد ASTM 4815 برای اندازه‌گیری ترکیبات اکسیژن‌دار مانند اتر و الکل در بنزین است اما اندازه‌گیری ترکیبات آروماتیک را شامل نمی‌شود.

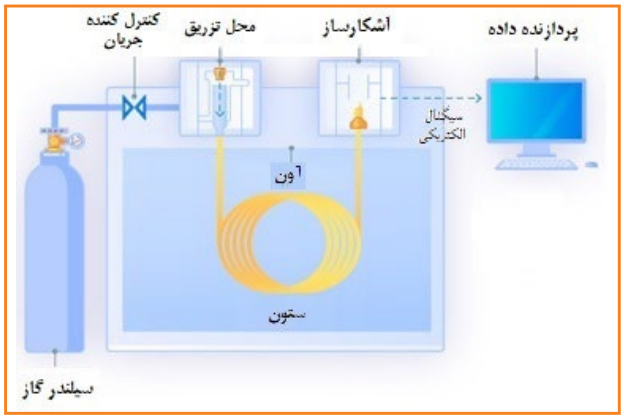
اهمیت و کاربرد روش کروماتوگرافی گازی

دانش ترکیب‌بندی اجزاء مایعات سوختی و موارد مشابه برای کنترل کیفیت فرآیند پالایشگاهی و تشخیص نوع ماده مفید است. کنترل فرآیند و تشخیص اجزاء مایع نفتی برای بسیاری از هیدروکربن‌ها از طریق آنالیز با دستگاه کروماتوگرافی گازی[۹] امکان‌پذیر است. از روش کروماتوگرافی گازی در بسیاری از زمینه‌ها همچون داروسازی، ساخت لوازم آرایشی و حتی در بررسی سموم، هوا، تنفس انسان، خون، بزاق و دیگر ترشحاتی که حاوی مقدار زیادی از مواد آلی فرار هستند، می‌توان استفاده نمود. بیشتر مواقع، واحدهای کنترل کیفیت هوا از کروماتوگرافی به همراه آشکارساز یونیزاسیون شعله برای تعیین نوع اجزا در نمونه هوا استفاده می‌کنند. با وجود اینکه آشکارسازهای دیگری را نیز می‌توان به کار گرفت اما به دلیل حساسیت و وضوح مناسب و همچنین قابلیت آشکارسازی مولکول‌های بسیار کوچک، از FID بهره می‌گیرند.

دستگاه کروماتوگرافی گازی

دستگاه کروماتوگرافی گازی (شکل (۱)) شامل یک ستون، آون تامین کننده دمای ۰-۳۰۰°C، آشکارساز،

سپتوم برای تزریق نمونه، کنترل کننده جریان، سیستم پردازشگر داده‌ها و منبع گاز حامل است. به‌طور معمول، دو نوع کلی فاز ثابت در کروماتوگرافی گازی به کار می‌رود، یکی فاز ثابت جامد و دیگری فاز ثابت مایع. فاز ثابت از نوع جامد به‌طور معمول از جنس آلومینا، سیلیکا و یا کربن فعال است [۲]. فاز ثابت مایع نیز به‌طور معمول از جنس پلیمرها، هیدروکربن‌ها، فلوئوروکربن‌ها، بلورهای مایع و نمک‌های آلی ذوب شده هستند. ستون کاپیلاری مورد استفاده در اینجا از سیلیکای گداخته[۱۰](دی متیل پلی سیلوکسان) پوشیده شده‌است که از یک فاز ثابت بوده و طول آن تا ۱۰۰ متر است. فاز ثابت در ستون کروماتوگرافی گازی قرار دارد که به‌طور معمول به‌صورت یک جاذب جامد بوده که روی دیواره داخلی ستون، پوشش داده شده‌است. فاز ثابت به‌صورت لایه نازک با ضخامت ۰/۵ µm در ستون کاپیلاری با قطر ۰/۲۵ mm قرار دارد.



شکل (۱): نمایی از دستگاه کروماتوگرافی گازی [۱].

آون، وظیفه ایجاد دمای مناسب برای ستون و جداسازی ترکیبات در زمان‌های بازداری متناسب با دمای ستون برای ترکیبات با نقطه فراریت کمتر به بیشتر را دارد. دستگاه کروماتوگرافی گازی قابلیت برنامه‌ریزی دمایی برای آون دارد، به‌گونه‌ای که می‌توان دما را طوری تنظیم نمود که از مقدار پایین به دمای بالا برود و گاهی در یک دما برای مدت زمانی ثابت بماند و دوباره دما افزایش یابد. نمونه‌ای از این برنامه‌ریزی دمایی برای آون به‌صورت زیر است:

- در دمای ۵۰°C (نیم دقیقه بماند)؛
- افزایش ۲۰°C تا ۱۰۰°C (صفر دقیقه بماند)؛
- افزایش ۵°C تا ۱۲۰°C (صفر دقیقه بماند)؛
- افزایش ۳۰°C تا ۲۵۰°C (صفر دقیقه بماند).

گاز حامل می‌تواند نیتروژن، هیدروژن یا گاز هلیوم با خلوص ۹۹/۹۹۹ درصد باشد. مزایا و معایب هر گاز در جدول (۱) ذکر شده‌است [۳].

جدول (۱): مزایا و معایب گازهای حامل در کروماتوگرافی گازی [۲].

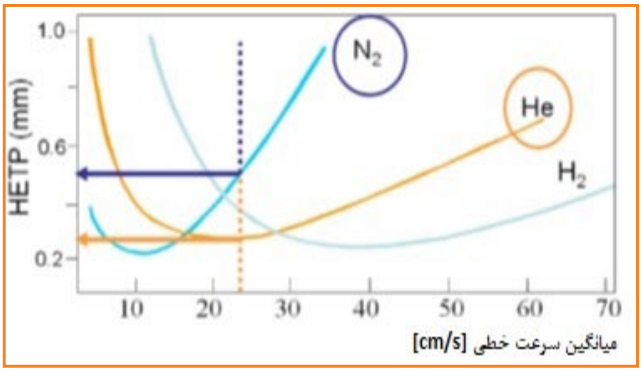
گاز حامل	مزایا	توضیحات
هلیوم	• ایمن • گستره سرعت خطی بهینه به نسبت پهن	• گران قیمت
نیتروژن	• ارزان • ایمن	• زمان آنالیز طولانی است • گستره سرعت خطی بهینه باریک و آهسته است.
هیدروژن	• ارزان • زمان آنالیز کوتاه • دمای کمتر برای جداسازی • طول عمر بیشتر ستون	

شکل (۲) نشان‌دهنده سرعت خطی حرکت گازهای حامل هیدروژن، نیتروژن و هلیوم برحسب ارتفاع هم‌ارز پلیت تئوری[۱۱] است. بر طبق این شکل که براساس قانون وان دیمتر است، سرعت حرکت خطی نیتروژن کمتر از سرعت حرکت خطی دو گاز دیگر در طول ستون است که باعث بیشتر شدن زمان آنالیز جداسازی برای گاز نیتروژن می‌شود. استفاده از گاز نیتروژن به جای گاز هلیوم با همان سرعت خطی طبق قانون وان دیمتر و شکل (۲)، منجر به افزایش دو برابری ارتفاع هم‌ارز پلیت تئوری (نشان‌دهنده عملکرد جداسازی یک ستون) می‌شود. معادله وان دیمتر به‌صورت زیر است:

$$H = A + (B/\bar{u}) + C\bar{u}$$ معادله (۱)

که در آن:

(H)= ارتفاع هم‌ارز یک پلیت تئوری، (A)= عبارت چند مسیری، (B)= عبارت نفوذ طولی و (C)= عبارت جابجایی جرم است.



شکل (۲): نمودار ارتفاع هم ارز پلیت تئوری (HETP) برحسب سرعت خطی میانگین [۳].

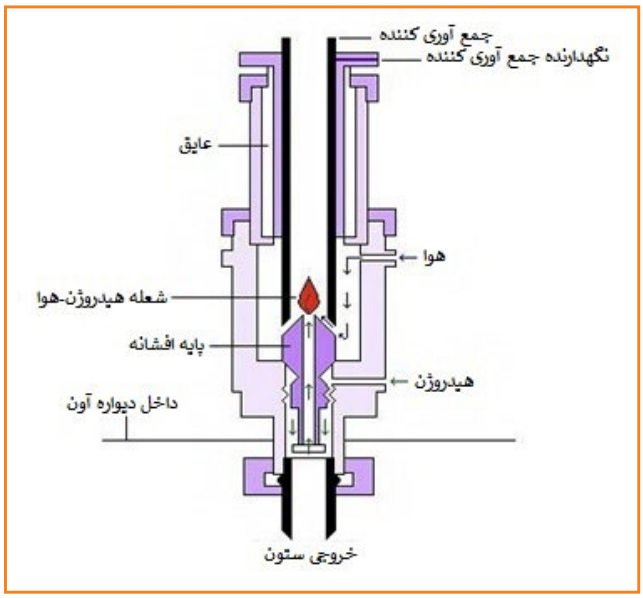
به‌طور معمول می‌توان از دو روش کار در فشار ثابت یا جریان ثابت[۱۲] با برنامه‌ریزی فشاری در کروماتوگرافی گازی استفاده نمود [۴]. در روش

جریان ثابت، امکان تغییر الگوی شویش کروماتوگرافی وجود دارد مگر اینکه پروفایل برنامه دمایی نیز برای تغییرات جریان تعدیل شود.

سیستم پردازشگر اطلاعات می‌تواند اطلاعات پیک ۴۰۰ نمونه را در جدول پیک ذخیره کند، داده‌ها را با سرعت ۱۰ Hz یا بیشتر پردازش نماید و همچنین از پیک‌های با عرض در نیمه ارتفاع که به اندازه ۰/۱s پهنا دارند، انتگرال‌گیری کند.

ورود نمونه می‌تواند از طریق یک دریچه، دستگاه تزریق اتوماتیک، بازوی روباتیک یا سایر ابزارهای اتوماتیک انجام شود. به‌طور معمول تزریق کننده‌های اتوماتیک باعث ایجاد تکرارپذیری بهتری نسبت به تزریق دستی می‌شوند.

بهترین نوع آشکارساز برای هیدروکربن‌ها از نوع آشکارساز یونیزاسیون شعله[13](شکل (۳))، است. این آشکارساز دارای حساسیت ۰/۰۰۵ کولومب[14] بر گرم برای n-بوتان بوده و گستره خطی دینامیکی این آشکارساز ۱۰۶ است. این آشکارساز تا ۳۰۰°C گرم می‌شود. سایر آشکارسازهای مورد استفاده در کروماتوگرافی گازی در جدول (۲) آورده شده‌است.



شکل (۳): نمایی از یک آشکارساز FID [۴].

جدول (۲): آشکارسازهای مورد استفاده در کروماتوگرافی گازی [۴].

نوع آشکارساز	نمونه قابل شناسایی	گستره شناسایی
MS	قابل تنظیم برای تمامی نمونه‌ها	۰/۲۵-۱۰۰ pg
FID	هیدروکربن‌ها	۱ pg/s
TCD	تمامی نمونه‌ها	۵۰۰ pg/ml
ECD	هیدروکربن‌های هالوژن‌دار	۵ fg/s
AED	انتخابی	۱ pg
CS	واکنش‌گر اکسید کننده	جریان تاریکی PMT
PID	ترکیبات بخار و گاز	۰/۰۰۲-۰/۰۲ µg/L

از جمله تنظیمات دستگاه کروماتوگرافی گازی، تنظیم سرعت خطی گاز حامل و نسبت اسپلیت[15] است. به‌طور معمول، سرعت خطی گاز حامل روی ۱/۸ mL/min و نسبت اسپلیت برای نمونه ۲۰۰:۱ تنظیم می‌شود. در صورتی که دستگاه کروماتوگرافی دارای سیستم تنظیم خودکار برای این دو نباشد، باید با معادلات مربوطه به‌صورت دستی محاسبه و روی دستگاه تنظیم شود. سایر تنظیمات اولیه برای جداسازی اجزاء ترکیبات سوخت‌های موتورهای جرقه‌زن در جدول (۳) آورده شده‌است.

جدول (۳): شرایط کار با دستگاه کروماتوگرافی گازی، الزامات ستون و به‌دست آوردن داده‌ها [۵].

شرایط کروماتوگرافی	
تنظیمات تزریق کننده	
دمای تزریق کننده، °C	۲۵۰
نسبت اسپیلت	۲۷۵:۱ - ۱۷۵:۱
لاینر	شیشه غیرفعال شده
حجم تزریق، Lµ	۰/۲ - ۰/۵
تنظیمات تزریق کننده	
دمای آشکارساز FID، °C	۳۰۰-۳۵۰
جریان گاز	
هیدروژن، ml/min	۴۰-۳۰
هوا، ml/min	۴۵۰-۳۰۰
نیتروژن، ml/min	۳۰
تنظیمات دمای آون	
دمای اولیه، °C	۰
زمان اولیه، min	۱۵
اولین افزایش دما، °C/min	۱
دمای نهایی، °C	۵۰
زمان نهایی، min	۰
دومین افزایش دما، °C/min	۲
دمای نهایی، °C	۱۳۰
زمان نهایی، min	۰
سومین افزایش دما، °C/min	۴
دمای نهایی، °C	۲۷۰
زمان نهایی، min	۰
شرایط ستون	
طول، m	۱۰۰
قطر داخلی، mm	۰/۲۵
فاز مایع	۱۰۰ درصد دی متیل پلی سیلوکسان
ضخامت فیلم، µ	۰/۵
فشار، psi	۵۰-۴۰
جریان، ml/min	۲/۰ - ۱/۷
سرعت خطی جریان گاز، cm/s	۲۴/۵
جریان گاز	
پردازش داده‌ها، Hz	۱۰-۲۰
زمان کل آنالیز	۱۴۰-۱۵۰

ارزیابی قدرت تفکیک ستون

قبل از راه‌اندازی سیستم کروماتوگرافی می‌توان طبق جدول (۴) و معادله (۲)، میزان قدرت تفکیک ستون را برای دو جزء محاسبه نمود:

معادله (۲)

$$R=\frac{2(t_{R2}-t_{R1})}{1/699(W_{h1}+W_{h2})}$$

که در آن:

(R)= قدرت تفکیک، (t_{R2})= زمان بازداری اولین جزء، (t_{R1})= زمان بازداری جزء دوم، (W_{h1})= پهنای پیک در نیمه ارتفاع اولین جزء و (W_{h2})= پهنای پیک در نیمه ارتفاع جزء دوم است.

جدول (۴): الزامات اجرای ارزیابی قدرت تفکیک ستون [۵].

جفت اجزاء	کمترین تفکیک	غلظت هر جزء ، W/W
بنزن ۱-متیل-سیکلوپنتان	۱/۰	۰/۵ درصد – ۵/ درصد
متا – زایلن پارا- زایلن	۴/۰	۲/۰ درصد – ۲/۰ درصد
نرمال تری دکان ۱- متیل نفتالن	۱/۰	۰/۵ درصد – ۰/۵ درصد

خلاصه روش آزمون

به‌طور کلی، نمونه نماینده مایع نفتی با استفاده از سرنگ ۱ µL به درون دستگاه کروماتوگرافی مجهز به ستون کاپیلاری که سطح آن با یک فاز ثابت به‌خصوص پوشش داده شده‌است، انتقال داده می‌شود [۵]. نمونه مایع نفتی پس از ورود به درون ستون به سرعت تبخیر می‌شود و با گاز حامل (به‌طور معمول هیدروژن یا نیتروژن) در طول ستون به حرکت در می‌آید. در طول ستون به دلیل شرایط ستون و نمونه، اجزاء تشکیل شده ستون در زمان‌های خاصی توسط ستون بازداری و از هم جدا می‌شوند. در انتهای ستون، آشکارساز (به‌طور معمول نوع یونیزاسیون شعله) قرار دارد که اجزاء شویش یافته در ستون را شناسایی می‌نماید. سیگنال آشکارساز به‌صورت دیجیتالی با استفاده از یک سیستم کامپیوتری انتگرال‌گیر ثبت می‌شود. هر جزء شویش یافته و آشکارسازی شده با زمان بازداری‌اش[۱۶] نسبت به نمونه استاندارد ارزیابی و مقایسه می‌شود. غلظت هر جزء به‌صورت درصد جرمی با نرمال‌سازی مساحت زیر پیک بعد از تصحیح پیک اجزاء انتخاب شده با عامل پاسخگویی آشکارساز به‌دست می‌آید.

گزارش نتایج

غلظت اجزاء جداسازی شده با استفاده از دستگاه بر حسب درصد جرمی با دقت ۰/۰۰۱ درصد گزارش می‌شود. ممکن است اطلاعات مربوط به یک گروه از ترکیبات به‌عنوان مثال، اولفین‌ها، پارافین‌ها، آروماتیک‌ها، نفتن، اکسیژنیت‌ها و ایزوپارافین‌ها به‌صورت یکجا گزارش شوند.

نتیجه‌گیری

بیشتر آنالیزهای شیمیایی، شامل جداسازی اجزاء موجود در یک مخلوط هستند و مهمترین روش برای چنین جداسازی، برخی از اشکال کروماتوگرافی است. از روش کروماتوگرافی گازی در زمینه‌های بسیاری همچون داروسازی، ساخت لوازم آرایشی و حتی در بررسی سموم، هوا، تنفس انسان، خون، بزاق و دیگر ترشحاتی که حاوی مقدار زیادی از مواد آلی فرار هستند، می‌توان استفاده نمود.

کروماتوگرافی گازی براساس پخش انتخابی اجزاء مختلف در بین دو فاز ثابت و متحرک بوده و روش آنالیز کروماتوگرافی بر پایه زمان‌های بازداری اجزاء شویش یافته است. به‌طور معمول برای ترکیبات هیدروکربنی گستره نقطه جوش تا ۲۵۰ °C به کار برده می‌شود. سایر مخلوط‌های هیدروکربن سبک مایع که بیشتر در کارهای تصفیه ترکیبات نفتی به کار می‌روند (به‌عنوان مثال، نفتاها، ریفورمیت‌ها، آلکیلات‌ها و غیره) نیز با این روش قابل آنالیز هستند.

در این روش از سرنگ با حجم میکرولیتر استفاده می‌شود. پرکاربردترین آشکارساز در این روش از نوع FID است. گاز حامل می‌تواند نیتروژن، هیدروژن یا گاز هلیوم با خلوص ۹۹/۹۹۹ درصد باشد. سیستم پردازشگر اطلاعات می‌تواند اطلاعات پیک ۴۰۰ نمونه را در جدول پیک ذخیره و داده‌ها را با سرعت ۱۰ Hz یا بیشتر پردازش نماید. همچنین سیستم پردازشگر می‌تواند از پیک‌های با عرض در نیمه ارتفاع که به اندازه ۰/۱s پهنا دارند انتگرال‌گیری کند.

پی‌نوشت

۱. کارشناسی ارشد شیمی تجزیه، آزمایشگاه مواد نفتی پارس لیان اروند

2. Methyl tert-Butyl Ether (MTBE)

3. ethyl tert-butyl ether (ETBE)

4. oxygenate

5. tert-Amyl methyl ether (TAME)

6. bulk

7. PONA

8. Co-elution

9. Gas chromatography (GC)

10. fused silica

11. Height equivalent to a theoretical plate (HETP)

12. constant flow

13. Flame ionization detector (FID)

14. coulomb

15. split

16. Retention time

مراجع

[1] Gas Chromatography -A Brief Review. Gurleen Kaur, Sahil Sharma, July 2018.

[2] Analysis: Principles of Instrumentation, Richard A. McPherson MD, MSc, in Henry's Clinical Diagnosis and Management by Laboratory Methods, 2022.

[3] Consideration for choosing a different carrier gas in gas chromatography. Jaap de Zeeuw,2019.

[4] Gas Chromatography, Kyaw Thet (UC Davis), Nancy Woo (UC Davis), 2020.

[5] Standard test method for determination of individual components in spark ignition engine fuels by 100 meter capillary high resolution gas chromatography, ASTM, 2018.

نقش آزمایشگاه در کنترل کیفیت مخازن تحت فشار بدون درز

بخش دوم

نویسنده
امیر ادریسی[1]
*edrisi.amir@gmail.com

واژه‌های کلیدی
آزمایشگاه، مخازن گاز بدون درز، مخازن گاز طبیعی فشرده، آزمون‌های مواد، آزمون‌های مخرب، آزمون‌های غیر مخرب.

چکیده

هدف از این مقاله، بررسی نقش آزمایشگاه و آزمون‌های استاندارد در کنترل کیفیت مخازن در معرض فشار بدون درز است. در این بخش از مقاله، آزمون‌های عمومی و عملکردی مخازن بدون درز شامل آزمون‌های چرخه فشار در دمای محیط، نشت‌یابی، قرارگیری در معرض آتش، نفوذ گلوله، فشار هیدرواستاتیک و سایر آزمون‌های عملکردی مطرح و سپس آزمون‌های غیر مخرب همچون آزمون‌های ذرات مغناطیس، ترک‌یابی و ضخامت‌سنجی به روش آلتراسونیک مورد بررسی قرار گرفت. در ادامه، آزمون‌های تخصصی مخازن خودرویی و صنعتی نوع II، III و IV شامل آزمون‌های محیط اسیدی، چرخه فشار در دمای کم و بسیار بالا، خزش، تعیین رواداری ترک، شکست و پارگی تسریعی و غیره بیان شد و در انتهای مقاله، به بررسی آزمون‌های چسبندگی، انعطاف‌پذیری، ضخامت‌سنجی رنگ و سایر آزمون‌های پوشش محافظ مخازن پرداخته شد.

براساس مطالب ارائه شده، با توجه به انجام تعداد بالایی از آزمون‌های سختگیرانه و تأیید آن مطابق با استانداردهای مرجع در یک آزمایشگاه دارای صلاحیت و همچنین کنترل‌های مداوم کیفی، قابلیت اطمینان و سطح بالای ایمنی این مخازن تضمین می‌شود.

مقدمه

در بخش اول مقاله، مقدمه‌ای درباره انرژی و سوخت‌های طبیعی ذکر و به این نکته پرداخته شد که کارشناسان، گاز طبیعی را به‌عنوان یکی از مهمترین و حیاتی‌ترین منابع انرژی در جهان می‌دانند و مصرف دو برابری آن را بین سال‌های ۲۰۲۰ تا ۲۰۴۰ پیش‌بینی کردند. این امر منجر به افزایش علاقه به استفاده از گاز طبیعی به‌عنوان سوخت در حوزه حمل و نقل خواهد شد. بنابراین، سوخت‌های جایگزین می‌توانند بهترین گزینه به‌منظور استفاده در وسایل نقلیه، برای به حداقل رساندن وابستگی به سوخت‌های فسیلی که در حال اتمام هستند، باشند. در ایران نیز به دلیل دارا بودن ذخایر عظیم گازی و تولید بومی مخازن نگهداری آن، از مزیت به نسبت بالایی در این زمینه برخوردار است که با ایجاد بسترهای مناسب می‌توان از این نعمت خدادادی بهترین استفاده را نمود. از دیگر کاربردهای مخازن نگهداری گاز، صنایع هوا و فضا، حمل و نقل و خودروسازی، پزشکی، پتروشیمی، هواپیمایی، بازی‌های ورزشی و غیره هستند که اهمیت این نوع مخازن را دو چندان کرده است.

در بخش اول مقاله، انواع مخازن در معرض فشار، روش‌های ساخت و تولید آن، استانداردهای بین‌المللی و ملی سیلندرهای بدون درز، انواع آزمایش‌ها همچون آزمون‌های مواد فلزی و کامپوزیتی، آزمون‌های خواص مکانیکی مورد بحث قرار گرفت. در ادامه، به سایر آزمون‌های کنترلی این مخازن اشاره خواهیم داشت.

▣ آزمون‌های عمومی و عملکردی مخازن بدون درز

■ آزمون خستگی یا چرخه فشار در دمای محیط[۲]

از سال ۱۸۳۰ معلوم شد که فلز در معرض تنش تکراری یا نوسانی، در تنشی به مراتب کمتر از تنش لازم برای شکست بر اثر اعمال یکباره بار، خواهد شکست. شکست‌هایی که در شرایط بارگذاری دینامیکی رخ می‌دهند، شکست‌های خستگی نامیده می‌شوند. عامل حداقل ۹۰ درصد شکست‌های ناشی از علل مکانیکی حین کار، خستگی است. دلیل اصلی خطرناک بودن شکست خستگی این است که بدون هشدار رخ می‌دهد. خستگی به شکستی با ظاهر ترد، بدون هیچ‌گونه تغییر شکل کلی در شکست، منجر می‌شود.

سه عامل مهمی که برای وقوع شکست خستگی ضروری هستند عبارتند از:

۱- تنش کششی حداکثری به مقدار بسیار زیاد؛

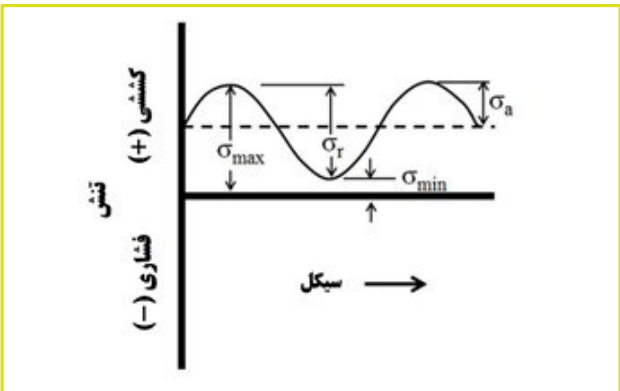
۲- تغییرات به حد کافی زیاد یا نوسانی در تنش اعمالی؛

۳- زیاد بودن چرخه‌های تنش اعمالی.

علاوه‌بر این، متغیرهای دیگری مانند تمرکز تنش، خوردگی، دما، بار اضافی، ساختار متالورژیکی، تنش‌های باقی مانده و تنش‌های مرکب هم وجود دارند که شرایط را برای ایجاد خستگی تقویت می‌کنند.

این تنش به سه دسته چرخه کاملا معکوس تنش سینوسی، چرخه تنش تکراری و چرخه تنش مرکبی طبقه‌بندی می‌شوند. با توجه به نوع چرخه اعمالی، چرخه تنش تکراری را مورد بحث قرار می‌دهیم.

شکل (۱) یک چرخه تنش تکراری (که در اینجا مورد بحث است) را نشان می‌دهد که در آن تنش حداکثر (σ_{max}) و تنش حداقل (σ_{min}) برابر نیستند. در این نمودار، هر دو تنش کششی‌اند. ولی یک چرخه تنش تکراری می‌تواند شامل تنش‌های حداقل و حداکثر با علامت مخالف یا هر دو در فشار نیز باشد.



شکل (۱): چرخه تنش تکراری [۱].

حد خستگی یا استحکام خستگی، بالاترین تنشی است که یک ماده می‌تواند برای یک تعداد سیکل بدون شکستن تحمل کند. در تعیین حد خستگی ماده باید دانست که هر نمونه، حد خستگی ویژه‌ای دارد که در تنش بیشتر از آن می‌شکند ولی در مقادیری کمتر از آن نمی‌شکند؛ همچنین این تنش بحرانی به دلیل مبهمی برای هر نمونه فرق می‌کند. ناخالصی‌ها در فولاد می‌توانند اثر مهمی بر حد خستگی و تغییرپذیری آن داشته باشد [۱].

به‌منظور تعیین استحکام خستگی و اطمینان از قابلیت عملکرد محصول و سرویس‌دهی در طول عمر خود در مخازن، از آزمون چرخه فشار در دمای محیط (سیکلی) استفاده می‌کنند. در شکل (۲) نمایی از دستگاه آزمون چرخه فشار مخازن نشان داده شده‌است.

شکل (۲): نمایی از دستگاه آزمون چرخه فشار مخازن [۲].

در این آزمون، سیلندرهای تکمیل شده باید با تناوب تعریف شده، مورد آزمون چرخه فشار قرار گیرند. روی یک سیلندر از هر بهر، به تعداد ۱۰۰۰ برابر عمر مفید تعیین شده برحسب سال و تعداد مشخصی چرخه، آزمون چرخه فشار انجام شود. ابتدا سیلندر مورد آزمون باید با یک مایع غیر خورنده به‌عنوان مثال، روغن یا آب پر شود. سپس باید فشاری بین ۲ تا ۲۶ مگاپاسکال با نرخی کمتر از ۱۰ چرخه بر دقیقه به سیلندر اعمال شود [۳].

سیلندر باید حداقل و حداکثر فشارهای چرخه‌ای را بدون شکست در حین آزمون تحمل نماید. در صورتی که سیلندری در این آزمون، چرخه‌ها را بدون بروز واماندگی و نشتی پشت سرگذارد، این آزمون رضایت‌بخش تلقی می‌شود. تعداد چرخه‌ها بسته به استاندارد محصول، می‌تواند از ۱۲۰۰۰ تا ۴۵۰۰۰ سیکل متغیر باشند [۴].

■ آزمون نشتی مخزن[۳]

سازنده مخزن باید از آزمون‌های مناسبی مبنی بر عدم وجود نشتی در سیلندر استفاده نماید. برای سیلندرهایی با انتهای شکل داده به روش شکل‌دهی چرخشی، سه روش آزمون وجود دارد [۴].

برای انجام آزمون نشتی پنوماتیک، باید انتهای سیلندر تمیز و عاری از رطوبت باشد. سطح داخلی انتهای سیلندر باید به مدت حداقل یک دقیقه در معرض فشاری معادل با حداقل

دو سوم فشار آزمون سیلندر قرار گیرد. قطر این سطح نباید کمتر از ۲۰ میلیمتر و مساحت آن نباید کمتر از شش درصد کل مساحت انتهای سیلندر باشد. سمت دیگر را باید در داخل آب و یا سایر مایعات مناسب قرار داده و با دقت از نظر نشتی کنترل شود. سیلندرهایی که نشتی دارند باید مردود اعلام شوند [۳ و ۴]. آزمون پنوماتیک با فشار کم و آزمون نشتی هلیوم از دیگر روش‌های آزمون نشتی هستند [۴].

در سیلندرهای نوع چهار، ابتدا باید داخل سیلندر به‌طور کامل خشک شود. سپس با استفاده از هوای خشک یا نیتروژن که حاوی یک گاز قابل ردیابی نظیر هلیوم است؛ باید سیلندر را تا حد فشار کاری در معرض فشار قرار داد. وجود هرگونه نشتی در هر نقطه از سیلندر که از مقدار استاندارد ۰/۰۰۴ سانتیمتر مکعب بر ساعت بیشتر باشد، موجب مردود شدن سیلندر می‌شود [۳].

■ آزمون قرارگیری در معرض آتش[۴]

در این آزمون به بررسی ایمنی مخازن در برابر آتش می‌پردازیم به طوری که سیلندرهای تکمیل شده مجهز به سامانه حفاظت در برابر آتش (شیر سیلندر، وسایل اطمینان تخلیه فشار و یا عایق گرمایی یکپارچه) در شرایط آتش‌سوزی مشخص شده، مورد آزمون قرار می‌گیرند؛ چیدمان وسایل اطمینان تخلیه فشار باید به‌گونه‌ای باشد که هرگاه سیلندر در معرض آتش‌سوزی با شرایط مشخص شده قرار گیرد، از شکست ناگهانی آن جلوگیری شود. داده‌های آزمون باید اثربخشی سامانه حفاظت در برابر آتش را به اثبات برسانند. سیلندر و جنس آن، وسایل اطمینان تخلیه فشار و هرگونه عایق اضافه شده یا مواد محافظ باید همگی به‌گونه‌ای طراحی شوند که در شرایط آتش‌سوزی سیلندر از ایمنی کافی برخوردار باشد. در شکل (۳) نمایی از مخزن در حال آزمون در معرض آتش نمایش داده می‌شود.

شکل (۳): نمایی از آزمون قرار گرفتن مخزن در آتش [۵].

برای انجام این آزمون، یک منبع آتش با هر نوع سوختی با شعله و گرمای یکنواخت و طول ۱/۶۵ متر باید به‌طور مستقیم به سطح سیلندر و در سراسر قطر آن برخورد کند. هر سوختی را می‌توان در منبع آتش استفاده نمود. سیلندر را باید به‌صورت افقی مورد آزمون قرار داد، به‌طوری که کف آن به‌طور تقریبی ۱۰۰ میلیمتر بالاتر از منبع آتش قرار داشته باشد و به وسیله حداقل سه رشته ترموکوپل با بیشینه فاصله میانی ۷۵ متر در امتداد کف سیلندر نصب شود؛ دمای سطح سیلندر باید اندازه‌گیری و کنترل شود. در مدت آزمون، دماهای سطح و فشار داخلی سیلندر باید در فواصل زمانی ۳۰ ثانیه یا کمتر ثبت شوند. سیلندرها باید با استفاده از گاز طبیعی فشرده پر شده و به‌طور افقی در فشارهای کاری و ۲۵ درصد فشار کاری، مورد آزمون قرار گیرند.

در مدت پنج دقیقه پس از جرقه زدن و آغاز اشتعال سوخت، دست کم باید یکی از ترموکوپل‌ها دمای ۵۹۰ درجه سلسیوس یا بیشتر را نشان دهد. این کمینه دما، باید در مدت آزمون حفظ شود. اگر در مدت این پنج دقیقه، دما به ۵۹۰ درجه سلسیوس نرسد؛ اما در این مدت گاز داخل سیلندر تهویه شود؛ الزامات این آزمون برآورده شده تلقی می‌شود. در حین انجام آزمون وقوع هرگونه خرابی یا غیر یکنواختی در منبع آتش، باعث بی‌اعتبار شدن نتیجه آزمون می‌شود. نتایج آزمون زمانی قابل قبول است که گاز داخل سیلندر در حالت ۲۵ درصد فشار کاری، با استفاده از سوپاپ دمایی و حالت فشار کاری، با یکی از وسایل اطمینان تخلیه فشار، تخلیه شود [۳].

■ آزمون ترکیدن در فشار هیدرواستاتیک[۵]

در این آزمون، به بررسی شکل گسیختگی سیلندر و فشار ترکیدن آن می‌پردازیم. برای انجام این آزمون، باید یک مخزن را به‌طور هیدرواستاتیک تا حد ترکیدن در معرض فشار قرار داد. فشار ترکیدن مخازن نباید از حداقل فشار ترکیدن که با استفاده از تجزیه و تحلیل تنش به‌دست آمده است، کمتر باشد. همچنین این فشار باید حداقل ۴۵ مگاپاسکال یا ۴۵۰ بار باشد و پس از ترکیدن تکه تکه نشود [۳].

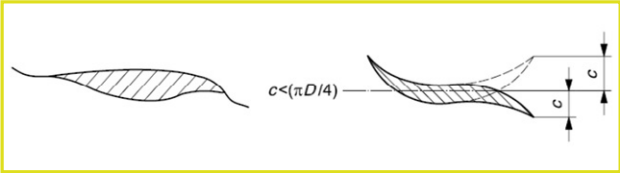
در تفسیر نتایج آزمون ترکیدن، باید منحنی «فشار-زمان» یا منحنی «فشار–حجم آب مورد استفاده» برای تعیین فشار آغاز تغییر شکل پلاستیکی سیلندر به همراه فشار ترکیدن آن و گسیختگی ناشی از ترکیدن و شکل لبه‌های آن را بررسی نماییم. نتایج در صورتی رضایت‌بخش محسوب می‌شود که سیلندر در وضعیت یکپارچه باقی مانده و تکه‌تکه نشده باشد. گسیختگی اصلی باید در قسمت استوانه‌ای سیلندر ایجاد شود و نباید به‌صورت شکست ترد باشد، یعنی لبه‌های گسیخته شده دیواره باید شیبدار باشد؛ همچنین نباید گسیختگی، ناشی از وجود عیب در فلز باشد و در هیچ حالتی نباید به گلویی برسد. برای انتهای مقعر شکست، نباید جلوتر از قسمت استوانه‌ای انتهای ته پیش برود و برای انتهای محدب نباید به مرکز ته سیلندر برسد. در شکل (۴) حالت پارگی و مقاطع گسیخته شده قابل قبول در این آزمون نشان داده شده‌است.

همچنین فشار تسلیم مشاهده شده (P_y) باید بزرگتر یا مساوی با حاصل ضرب فشار آزمون در(F/1) باشد (رابطه (۱)):

رابطه (۱) $P_y \geq 1/F \times P_h$

و فشار ترکیدن واقعی (P_b) باید بزرگتر یا مساوی با ۱/۶ برابر فشار آزمون باشد (رابطه (۲)) [۴].

رابطه (۲) $(P_b \geq 1.6P_h)$



شکل (۴): مقاطع گسیختگی قابل قبول ناشی از آزمون ترکیدن [۴].

■ آزمون فشار هیدرواستاتیک مخازن[۶]

آزمون فشار هیدرواستاتیکی به دو روش قابل انجام است:

• روش اول: آزمون انبساط حجمی[۷]

فشار آب داخل سیلندر باید تا رسیدن به فشار آزمون (P_h) و با یک آهنگ کنترل شده افزایش یابد. سیلندر باید در معرض فشار (P_h) برای مدت حداقل ۳۰ ثانیه باقی‌مانده و انبساط حجمی اندازه‌گیری شود. سپس فشار، آزاد شده و انبساط حجمی دوباره اندازه‌گیری شود. در صورتی که انبساط حجمی دائمی سیلندر (انبساط حجمی بعد از آزاد شدن فشار) بیش از ۱۰ درصد انبساط حجمی کلی اندازه‌گیری شده در فشار آزمون (P_h) باشد، آن سیلندر باید مردود شود. انبساط دائمی و کلی، براساس فرمول مربوطه یعنی انبساط کلی کمتر از انبساط دائمی برای هر سیلندر در معرض فشار آزمون تعیین می‌شود [۴]. در شکل (۵) نمایی از دستگاه آزمون قابل مشاهده است.

شکل (۵): دستگاه آزمون فشار هیدرواستاتیک مخازن [۲].

• روش دوم: آزمون فشار تائید[۸]

فشار آب داخل سیلندر باید تا رسیدن به فشار آزمون (P_h) و با یک آهنگ کنترل شده افزایش یابد. سیلندر باید در معرض فشار (P_h) برای مدت حداقل ۳۰ ثانیه باقی بماند تا عدم افت فشار و عدم نشتی محرز شود. در طول مدتی که سیلندر در معرض فشار قرار دارد، باید قابل رویت بوده و خشک باقی بماند. بعد از آزمون، سیلندر باید هیچ گونه تغییر شکلی نشان ندهد و اثری از رطوبت ناشی از نشتی، نداشته باشد [۴].

■ آزمون نفوذ گلوله[۹]

این آزمون به‌منظور سنجش استحکام فلز یا کامپوزیت با بررسی شکل شکست مخزن و کاهش وزن آن در اثر اصابت گلوله است. برای انجام این آزمون، باید سیلندری که با گاز طبیعی فشرده تا فشار ۲۰ مگاپاسکال پر شده‌است را مورد اصابت یک گلوله جنگی به قطر کمینه ۷/۶۲ میلیمتر قرار داد. این گلوله باید به‌طور کامل دست‌کم از یک سمت دیواره سیلندر نفوذ کند. نتیجه آزمون هنگامی قابل قبول است که سیلندر دچار شکست ترد نشود و برداشت یا همان کاهش جرم سیلندر توسط گلوله نیز بیشتر از ۴۵ گرم نباشد. در مورد سیلندرهای CNG-2، CNG-3، CNG-4، زاویه اصابت گلوله باید به‌صورت تقریبی ۴۵ درجه باشد [۳]. شکل (۶) محل ورود گلوله به داخل مخزن را نمایش می‌دهد.

شکل (۶): نمایی از محل نفوذ گلوله در مخزن [۶].

■ آزمون عملکرد نشت پیش از شکست[۱۰]

سیلندرهای نوع یک، دو و سه باید دارای عملکرد نشت پیش از شکست باشند. در مورد سیلندرهایی که عمر خستگی آنها بیشتر از ۴۵۰۰۰ چرخه فشار است، نیازی به انجام این آزمون نیست. برای انجام این آزمون، باید سه سیلندر تکمیل شده را مورد آزمون چرخه فشار بین دو تا ۳۰ مگاپاسکال قرار داد. تمام سیلندرهای مورد آزمون باید در اثر نشت وامانده شوند نه در اثر شکست.

در این آزمون ابتدا باید مناطق حساس به خستگی را در بدنه سیلندر تعیین نمود. مکان و جهت ایجاد خستگی در سیلندر باید با استفاده از تجزیه و تحلیل تنش یا با

انجام آزمون‌های خستگی روی سیلندرهای تکمیل شده، تعیین شوند. سپس ارزیابی عملکرد نشت پیش از شکست را مطابق با دو روش مهندسی ارزیابی نقاط بحرانی (مناطق حساس به خستگی) و با استفاده از آزمون ترکیدن سیلندر شیاردار (فاق‌دار) شده، مطابق با استاندارد مربوط انجام داد [۳].

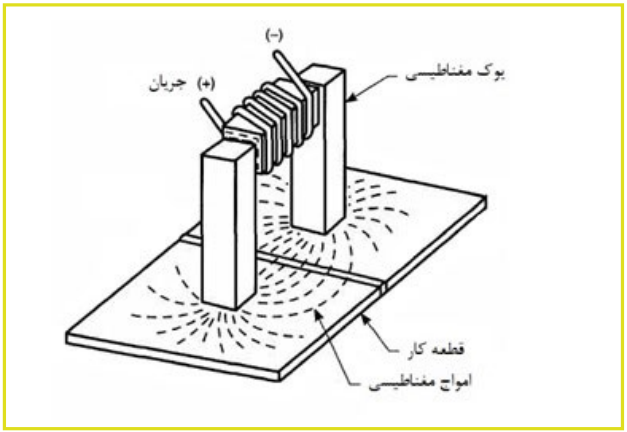
آزمون‌های غیرمخرب[۱۱]

آزمون‌های غیرمخرب به مجموعه‌ای از روش‌های ارزیابی و تعیین خواص قطعات گفته می‌شود که هیچگونه آسیب یا تغییری در قطعه ایجاد نکند. به عبارتی دیگر، به استفاده از روش‌های فیزیکی برای شناسایی ویژگی‌های مواد یا آسیب‌های آنها بدون ایجاد ضایعات مکانیکی اشاره دارد.

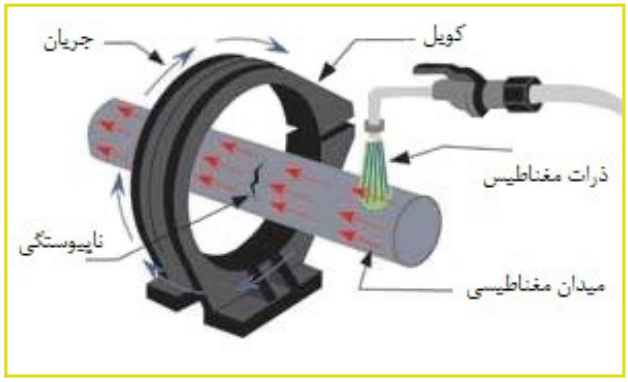
آزمون ذرات مغناطیسی و ترک‌یابی رزوه و نافی[۱۲]

این آزمون غیرمخرب، برای شناسایی ناپیوستگی‌های سطحی یا زیرسطحی در مواد فرومغناطیس به‌کار برده می‌شود. این آزمون شامل بررسی قطعه‌ای پوشیده شده از یک پودر خشک مغناطیسی یا مایع حاوی سوسپانسیون پودری مغناطیسی است که در معرض یک میدان مغناطیسی (شکل (۷)) قرار داده می‌شود. ناپیوستگی‌های سطحی یا زیرسطحی سبب ایجاد انحراف در میدان مغناطیسی می‌شوند. این انحراف، مواد مغناطیسی را جذب کرده و بدین صورت، ناپیوستگی قابل مشاهده می‌شود. تجهیزات این آزمایش شامل یوک‌های مغناطیسی (شکل (۷))، کویل‌های ثابت (شکل (۸)) آهنرباهای دائمی، پراد، آزمون بلوک‌های کالیبراسیون و مواد مغناطیسی با کیفیت بالا مطابق با استانداردهای بین‌المللی و ملی قابل انجام است [۷].

این آزمون در سیلندرها به‌منظور ترک‌یابی رزوه و نافی کاربرد دارد که در استاندارد به‌صورت اجباری مطرح نشده‌است اما با روش مناسب دیگری نیز می‌توان رزوه را مورد بررسی قرار داد.



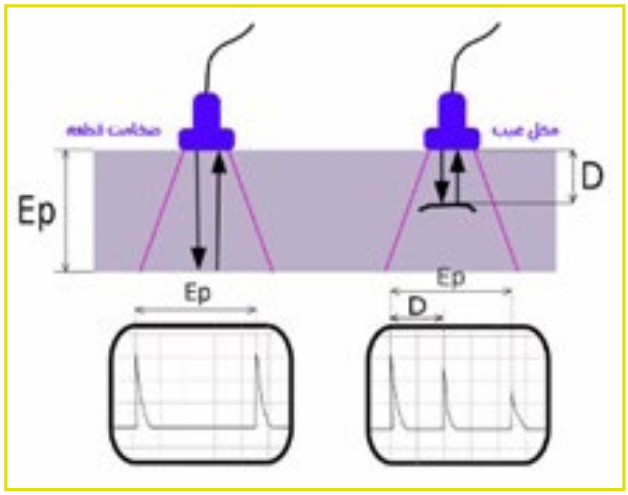
شکل (۷): چگونگی مغناطیس کردن قطعه با یوک [۸].



شکل (۸): انجام آزمون ذرات مغناطیس با کویل [۹].

آزمون فراصوت و ترک‌یابی مخازن[۱۳]

این آزمون روشی غیرمخرب است که در آن، امواج صوت با فرکانس بالا (امواج آلتراسونیک) به داخل ماده وارد می‌شوند و عیوب داخلی را ردیابی می‌کنند. همان‌طور که در شکل (۹) نشان داده شده‌است، امواج صوتی همراه با مقداری کاهش انرژی در اثر پدیده تضعیف صوت، در داخل مواد حرکت می‌کنند و از مرزها منعکس می‌شوند. موج منعکس شده برای تشخیص وجود، محل عیب و ارزیابی‌های کمّی ردیابی و آنالیز می‌شود [۱۰]. تجهیزات این آزمایش شامل دستگاه آلتراسونیک قابل حمل و ایستگاهی به همراه آزمون بلوک‌های کالیبراسیون با انواع پراب‌های نرمال و زاویه‌ای مطابق با استانداردهای بین‌المللی و ملی قابل انجام است.



شکل (۹): چگونگی انجام آزمون فراصوت [۱۱].

در سیلندرها بعد از اتمام عملیات حرارتی نهایی و بعد از رسیدن آن به ضخامت نهایی، هر سیلندر باید مورد بررسی آلتراسونیک برای عیوب داخلی، خارجی و زیر سطح قرار گیرد [۴]. آزمون آلتراسونیک در سیلندرها مطابق با استاندارد BS 5045-7 انجام می‌شود. هدف از انجام این آزمون، حصول اطمینان از اندازه نقص (ترک) است که از حد مجاز مشخص شده در طراحی بیشتر نباشد. برای مخازن نوع CNG-1، CNG-2 و CNG-3 باید

بیشینه مقدار نقص موجود در هر نقطه‌ای از بدنه مخزن یا پوسته داخلی فولادی که در طول عمر مفید مشخص شده‌است، به اندازه بحرانی نمی‌رسد، مشخص شود. معیار رد مخزن با این الزام مشخص می‌شود که اندازه نقص مشخص شده با روش آزمون آلتراسونیک یا روش‌های مشابه، باید کوچکتر از بیشینه مقدار اندازه‌های مجاز باشد [۳].

برای پیدا کردن ترک، باید از سیستم پژواک پالس[۱۴] استفاده شود. همچنین باید از یکی از روش‌های بازبینی تماسی یا غوطه‌وری و یک روش اتصال مناسب که انتقال کافی انرژی آلتراسونیک بین پروب و سیلندر را تضمین می‌کند، استفاده کرد. بدین صورت که سیلندرهای مورد بازرسی و واحد جست‌وجوگر باید نسبت به یکدیگر دارای یک چرخش و یک حرکت انتقالی باشند و یک پیمایش مارپیچ استوانه را ایجاد کنند. گام مارپیچ باید کمتر از عرض تحت پوشش پروب باشد و باید طوری با عرض امواج موثر مرتبط باشد که در سرعت چرخشی و انتقالی به‌کار رفته در هنگام روش اجرایی کالیبراسیون پوشش را ۱۰۰ درصد تضمین کند. شکل (۱۰) مخزن مورد آزمون ترک‌یابی مخازن به روش فراصوت را نمایش می‌دهد.

شکل (۱۰): نمایی از دستگاه آزمون ترک‌یابی مخازن به روش فراصوت [۲].

برای ردیابی عرضی عیب، از یک روش پیمایشی دیگر هم می‌توان استفاده کرد که در آن پیمایش با حرکت نسبی پروب‌ها و قطعه کار، طولی است و حرکت جارویی چنان است که به‌صورت تقریبی حدود ۱۰ درصد همپوشانی جاروها بتوان از پوشش ۱۰۰ درصد اطمینان حاصل کرد. به‌منظور بازرسی عیوب طولی در دیواره سیلندر، باید انرژی آلتراسونیک در دو جهت محیطی و برای عیوب عرضی، در دو جهت طولی گسیل شود.

با استفاده از قطعه استاندارد مرجع، دستگاه باید طوری تنظیم شود که ردیابی واضح و قابل تشخیص از شکاف‌های سطح داخلی و خارجی ایجاد کند. دامنه شناسایی باید تا جای ممکن نزدیک به مقدار معادل آن باشد. سیلندرهایی که شاخص‌های نتایج آنها برابر یا بیشتر از شکاف‌های استاندارد است، باید برگشت زده شوند. این مقایسه باید بین شاخص‌های سیلندر و شاخص‌های حاصل از شکاف مرجع در سمت و سوی یکسان انجام شود؛ به‌عنوان مثال، عیب داخلی عرضی باید با شکاف مرجع داخلی عرضی مقایسه شود. دلیل عیب باید شناسایی و درصورت امکان، برطرف شود. پس از آن سیلندرها باید دوباره مورد بازرسی عیب‌یابی آلتراسونیک و اندازه‌گیری قرار گیرند [۴].

■ آزمون ضخامت‌سنجی با روش فراصوت[۱۵]

این آزمون، به‌منظور اندازه‌گیری ضخامت قطعات فلزی استفاده می‌شود. پراب دستگاه، امواج را به‌صورت یک پالس در سراسر قطعه ارسال می‌کند. پالس فرستاده شده از پایه به‌طرف ترنس دیوسر منعکس و به یک سیگنال الکتریکی با فرکانس بالا تبدیل می‌شود. موج پژواک داده شده برای تعیین ضخامت، اندازه‌گیری و آنالیز می‌شود. شکل (۱۱) چگونگی انجام ضخامت‌سنجی با دستگاه ضخامت‌سنج قابل حمل آلتراسونیک را نشان می‌دهد.

هر سیلندری که ضخامت دیواره‌اش از ضخامت تضمین شده دیواره کمتر باشد، باید مردود شود [۴].

شکل (۱۱): نمایی از دستگاه و چگونگی آزمون ضخامت‌سنجی به‌روش فراصوت [۱۲].

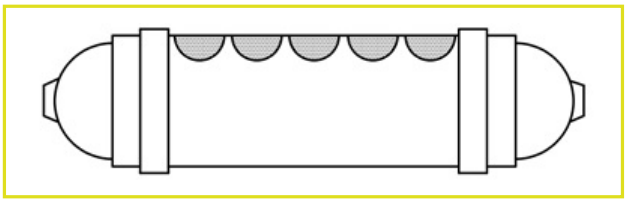
▣ آزمون‌های تخصصی مخازن خودرویی و صنعتی نوع ۳، ۴ و ۵.

آزمون‌هایی که در بخش‌های قبلی به آن اشاره کردیم در مورد این مخازن نیز کاربرد دارد و در این بخش به آزمون‌های تکمیلی مرتبط با مخازن خودرویی و صنعتی نوع دو، سه و چهار می‌پردازیم.

■ آزمون محیط اسیدی[۱۶]

این آزمون به‌منظور بررسی مقاومت لایه کامپوزیت در برابر شرایط حاد محیط اسیدی انجام می‌شود. همه پوشش‌های مورد استفاده در سیلندر باید به‌گونه‌ای باشند که فرآیند به‌کار گرفته شده در آنها اثر نامطلوبی روی خواص مکانیکی سیلندر نداشته و به‌گونه‌ای طراحی شده باشد که مانع بازرسی نشود. بدین منظور، برای بررسی کیفیت پوشش، از آزمون شرایط محیطی استفاده

می‌کنیم. برای انجام این آزمون، روی یک سیلندر تکمیل شده، ابتدا در حالی که فشار داخل سیلندر در ۲۶ مگاپاسکال نگه داشته شده‌است، باید مساحتی به قطر ۱۵۰ میلیمتر از سطح سیلندر را مطابق با شکل (۱۲)، به مدت ۱۰۰ ساعت در معرض محلول ۳۰ درصد اسید سولفوریک قرار داد. سپس باید سیلندر را مورد آزمون ترکیدن قرار داد که در این آزمون، فشار ترکیدن سیلندر باید بیش از ۸۵ درصد کمینه فشار طراحی ترکیدن باشد [۳].



شکل (۱۲): محل قرارگیری اسید روی مخازن [۳].

■ آزمون چرخه فشار (سیکلی) در دمای کم و بسیار بالا[۱۷]

سیلندرهای تکمیل شده با پوشش کامپوزیت خارجی باید مورد آزمون چرخه فشار قرار داده شوند. در مدت انجام این آزمون، سیلندرها نباید دچار گسیختگی، نشتی یا نخ نخ شدن الیاف شوند. ابتدا باید سیلندر را به مدت ۴۸ ساعت در شرایط فشار داخلی صفر، دمای ۶۵ درجه سلسیوس یا بیشتر و رطوبت نسبی ۹۵ درصد یا بیشتر قرار داد. سپس سیلندر را در دمای کمینه ۶۵ درجه سلسیوس و رطوبت نسبی کمینه ۹۵ درصد، به اندازه ۵۰۰ برابر عمر مفید مشخص شده برحسب سال، مورد آزمون چرخه فشار بین ۲ تا ۲۶ مگاپاسکال قرار دهیم. در ادامه سیلندر را باید در شرایط فشار داخلی صفر و دمای محیط نگه داشت. پس از آن، سیلندر را باید در دمای منهای ۴۰ درجه سلسیوس یا کمتر، به اندازه ۵۰۰ برابر عمر مفید مشخص شده برحسب سال، مورد آزمون چرخه فشار بین ۲ تا ۲۶ مگاپاسکال قرار داد. در ادامه آزمون چرخه فشار در دمای زیاد، باید سیلندرها را به‌طور هیدرواستاتیک تا حد واماندگی و تا رسیدن فشار ترکیدن به دست‌کم ۸۵ درصد مقدار طراحی در معرض فشار قرار داد. در مورد سیلندرهای نوع ۴، پیش از انجام آزمون ترکیدن هیدرواستاتیک باید آزمون نشتی به عمل آید [۳].

■ آزمون خزش در دمای بالا[۱۸]

این آزمون باید روی کلیه مخازن نوع چهارم و مخازن نوع دوم و سومی که دمای گذار شیشه‌ای شدن رزین آنها کمتر از ۱۰۲ درجه سلسیوس است، انجام شود. یک مخزن تکمیل شده باید در مدت زمان حداقل ۲۰۰ ساعت در دمای ۱۰۰ درجه سلسیوس در معرض فشار ۲۶۰ بار قرار گیرد. پس از این آزمون، مخزن باید الزامات آزمون فشار هیدرواستاتیک، آزمون نشتی و آزمون ترکیدن در معرض فشار هیدرواستاتیک را برآورده کند [۱۳].

■ آزمون تعیین رواداری ترک[۱۹]

این آزمون، به‌منظور بررسی و سنجش آن و در شرایط خاص [۳] و تنها برای مخازن نوع دوم و سوم و چهارم که دارای پوشش محافظ هستند، انجام می‌شود. بدین منظور شکاف‌هایی در جهت طولی روی دیواره مخزن ایجاد می‌شود که باید بزرگتر از حدود بازرسی چشمی تعیین شده توسط سازنده باشند. حداقل باید یک شکاف به طول ۲۵ میلیمتر و عمق ۱/۲۵ میلیمتر و یک شکاف دیگر به طول ۲۰۰ میلیمتر و عمق ۰/۷۵ میلیمتر در دیوار مخزن ایجاد شود. سپس آن را در دمای محیط در معرض چرخه فشار ۲۰ تا ۲۶۰ بار به تعداد ابتدا ۳۰۰۰ چرخه قرار می‌دهیم. مخزن در طی ۳۰۰۰ چرخه فشار اولیه نباید نشت کند یا گسیخته شود ولی در طی چرخه بعدی که به تعداد هزار برابر عمر طراحی شده آن است، می‌تواند براثر نشتی مردود شود. تمام مخازنی که با این روش مورد آزمایش قرار می‌گیرند، پس از اتمام آزمون باید به روش مناسبی اسقاط شوند [۱۳].

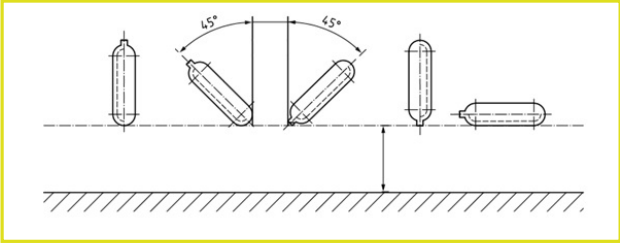
■ آزمون شکست و پارگی تسریعی[۲۰]

برای انجام این آزمون که فقط در مورد سیلندرهای نوع دو، سه و چهار انجام می‌گیرد، باید یک سیلندر بدون پوشش محافظ را در حالی که در آب ۶۵ درجه سلسیوس فرو برده شده‌است؛ به‌طور هیدرواستاتیک تا فشار ۲۶ مگاپاسکال در معرض فشار قرار داد. سیلندر باید در این دما و فشار به مدت ۱۰۰۰ ساعت باقی مانده و تا حد ترکیدن در معرض فشار قرار گیرد؛ با این تفاوت که فشار ترکیدن باید از ۸۵ درصد کمینه فشار طراحی ترکیدن بیشتر شود [۳].

■ آزمون آسیب ناشی از ضربه (سقوط)[۲۱]

برای انجام این آزمون، یک یا چند مخزن تولید شده بدون نصب شیر و فشار داخلی در دمای محیط مورد آزمون سقوط قرار می‌گیرند. سطحی که مخزن‌ها روی آن رها می‌شوند، باید یک سطح بتنی هموار و افقی باشد. همان‌طور که در شکل (۱۳) نشان داده شده‌است، یک مخزن باید به‌صورت افقی در وضعیتی رها شود که فاصله پایین‌ترین سطح مخزن تا سطح آزمون ۱/۸ متر باشد. مخزن دیگر باید به‌طور عمودی روی هر انتها و در ارتفاع کافی از سطح آزمون رها شود، به‌طوری که انرژی پتانسیل آن ۴۸۸ ژول باشد ولی در هیچ شرایطی فاصله انتهای پایین مخزن تا سطح آزمون نباید از ۱/۸ متر بیشتر باشد. یک مخزن دیگر باید با زاویه ۴۵ درجه روی قسمت عدسی به‌طوری رها شود که مرکز گرانش آن در ارتفاع ۱/۸ متر باشد. اما اگر فاصله پایین‌ترین نقطه مخزن از زمین از ۰/۶ متر کمتر شود، زاویه رها شدن مخزن باید به‌گونه‌ای تغییر کند تا حداقل فاصله ۰/۶ متر حفظ شود و فاصله مرکز گرانش مخزن از زمین ۱/۸ متر باشد. پس از انجام آزمون سقوط، مخزن باید بین ۲۰ بار و ۱/۳ فشار کاری مخزن در دمای محیط به تعداد هزار برابر عمر طراحی شده در معرض چرخه فشار قرار گیرد. این مخازن نباید در طول ۳۰۰۰ چرخه فشار اولیه دچار نشتی یا پارگی شوند اما در طول چرخه بعدی که به تعداد هزار برابر عمر طراحی شده

آن است، می‌تواند براثر نشتی مردود شوند [۱۳].



شکل (۱۳): تصویری از موقعیت مخازن در آزمون سقوط [۱۴].

■ آزمون رخنه‌پذیری گاز[۲۲]

برای انجام این آزمون که فقط روی سیلندرهای نوع ۴ انجام می‌شود، یک سیلندر تکمیل شده را باید با گاز طبیعی فشرده یا مخلوط نیتروژن و هلیوم (۹۰ درصد نیتروژن و ده درصد هلیوم) تا حد فشار کاری پر نموده و داخل محفظه‌ای با دمای محیط قرار داد. سپس سیلندر را باید از نظر نشتی برای مدت زمان کافی (به‌منظور پایدار شدن نرخ رخنه) مورد بررسی قرار داد. نرخ رخنه‌پذیری گاز طبیعی یا هلیوم به ازای یک لیتر گنجایش آبی سیلندر باید کمتر از ۰/۲۵ میلی‌لیتر بر ساعت باشد [۳].

■ آزمون گشتاور نافی[۲۳]

در آزمون گشتاور نافی، بدنه مخزن باید به‌طور کامل در برابر چرخش مهار شود تا بتواند گشتاوری معادل دو برابر گشتاور تعیین شده توسط سازنده که به نافی مخزن وارد می‌شود، تحمل نماید. گشتاور ابتدا باید به‌وسیله ترکمتر که در شکل (۱۴) نمایش داده شده‌است، در جهت بستن اتصال رزوه‌ای و سپس در جهت باز کردن آن و دوباره در جهت بستن اتصال اعمال می‌شود. پس از آن مخزن باید مورد آزمون نشتی قرار گیرد [۱۳].

در مخازن کامپوزیتی با قابلیت پر کردن مجدد گاز که مطابق با استاندارد ISO 1119 ساخته می‌شوند، شیر باید ۱۵۰ درصد سفت‌تر از حداکثر گشتاور توصیه شده برای ماده لایه داخلی در استاندارد ISO 13341، بسته شود و عواملی نظیر نوع، جنس شیر، روش اجرای شیربندی و گشتاور اعمال شده، ثبت و پایش شوند. معیار پذیرش این است که گلویی و رزوه‌های سیلندر باید در محدوده رواداری‌های نقشه و ابزار اندازه‌گیری باقی بماند [۱۴]. شکل (۱۴) نمونه‌ای از یک ابزار اندازه‌گیری گشتاور را به نمایش در آورده است.

شکل (۱۴): ابزار اندازه گیری گشتاور (ترکمتر) [۱۵].

■ آزمون چرخه گاز طبیعی[۲۴]

برای انجام این آزمون، یک سیلندر نوع چهار تکمیل شده را باید با استفاده از گاز طبیعی فشرده به تعداد ۳۰۰ چرخه مورد آزمون چرخه فشاری که بین ۲ مگاپاسکال و فشار کاری است، قرار داد. مدت زمان هر چرخه که شامل یک بار پر و خالی کردن سیلندر است، نباید از یک ساعت بیشتر شود. سیلندر باید مورد آزمون نشتی قرار بگیرد. پس از اتمام چرخه گاز طبیعی، سیلندر را باید برش داده و محل تماس پوسته داخلی و نافی انتهایی سیلندر را از نظر وجود هرگونه نقص نظیر ترک، خستگی یا تخلیه بار الکترواستاتیکی مورد بازرسی قرار داد. پیش از انجام این آزمون، سیلندرها باید با الزامات آزمون‌های ترکیدن، چرخه فشار در دمای محیط، آزمون رخنه‌پذیری گاز و آزمون نشتی انطباق داشته باشند [۳].

▣ آزمون‌های عملکردی رنگ و پوشش[۲۵]

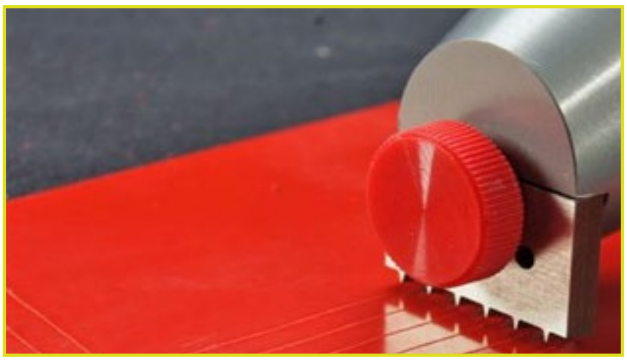
این آزمون‌ها به‌منظور تعیین کیفیت رنگ و پوشش برای شناسایی خواص آن انجام می‌شود تا از نظر کیفی رنگ و پوشش اعمالی مورد تایید قرار گیرد. بدین صورت که متناسب با شرایط کاربری هر قطعه، رنگ مناسب انتخاب شده و برای کنترل کیفیت آن، آزمایش‌هایی روی نمونه‌های رنگ انتخاب شده انجام می‌شود. همچنین درصورت مثبت بودن جواب آزمایش‌ها، می‌توان از رنگ انتخاب شده برای کاربرد مورد نظر بهره برد [۱۶]. پوشش سیلندر با استفاده از روش‌های زیر یا استانداردهای معادل، مورد آزمون قرار می‌گیرد:

■ آزمون تعیین مقاومت چسبندگی رنگ[۲۶]

این آزمون مخرب، برای تعیین میزان چسبندگی یک فیلم پوششی روی محصولات فلزی به‌کار می‌رود. برای اندازه‌گیری چسبندگی، از روش‌های مختلفی همچون روش متقاطع کراس کات استفاده می‌شود. تجهیزات انجام این آزمون دستگاه کراس کات شامل چاقوی برش، تیغه، ذره‌بین، چسب مخصوص و برس تمیزکننده است. در این روش بسته به ضخامت فیلم رنگ، دو مدل دستگاه مورد استفاده قرار می‌گیرد:

- **ضخامت تا ۵۰ میکرون:** دستگاه دارای ۱۱ تیغه با فاصله بین هر تیغه است؛
- **ضخامت تا ۱۲۵ میکرون:** دستگاه دارای ۶ تیغه با فاصله بین هر تیغه است.

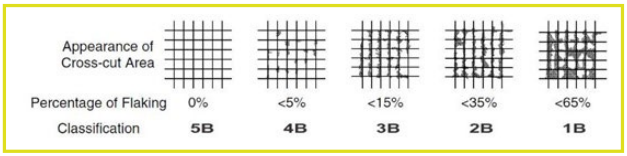
روش کار دستگاه به این صورت است که ابتدا، همانند شکل (۱۵) با استفاده از چاقوی برش‌ساز، یک برش متقاطع در سطح مخزن رنگ‌آمیزی شده ایجاد و سطح برش خورده را با استفاده از برس مخصوص تمیز می‌نماییم و محل تقاطع خط را با چسب مخصوص می‌پوشانیم. سپس چسب را با سرعت و زاویه ۱۸۰ درجه از سطح قطعه، جدا کرده و محل تقاطع خطوط را با ذره‌بین مشاهده می‌کنیم تا هیچ‌گونه کَندگی و جدا شدگی رنگ از سطح قطعه اتفاق نیفتاده باشد.



شکل (۱۵): چگونگی انجام آزمون چسبندگی با روش کراس کات [۱۷].

مطابق با شکل (۱۶) درجه چسبندگی با حرف (B) برای این روش در نظر گرفته شده‌است که به‌صورت زیر مقایسه می‌شود:

- **5B**: کمتر از ۵ درصد رنگ کنده شده‌است؛
- **4B**: کمتر از ۵ تا ۱۵ درصد رنگ کنده شده‌است؛
- **3B**: کمتر از ۳۵ تا ۶۵ درصد رنگ کنده شده‌است؛
- **1B**: کمتر از ۶۵ درصد رنگ کنده شده‌است [۱۶].



شکل (۱۶): چگونگی تعیین درجه چسبندگی [۱۸].

این آزمون مطابق با استانداردهای بین‌المللی BS EN ISO 2409 و ASTM D3359 قابل انجام است که در هر بهر از مخازن تولیدی، میزان چسبندگی پوشش، براساس استاندارد ASTM D3359 باید برابر 4B باشد [۳].

■ آزمون انعطاف‌پذیری[۲۸]

انعطاف‌پذیری، بیانگر ارتجاع‌پذیری و قدرت یک قطعه یا ماده است تا بتواند در مقابل ترک خوردگی در زمانی که در معرض فشارهای مکانیکی نظیر چروک خوردن پوشش و یا استفاده مکانیکی ناصحیح قطعه و هوازدگی قرار می‌گیرد، مقاومت نماید. انعطاف‌پذیری یک پوشش اعمال شده روی یک سازه، نه تنها بستگی به قابلیت گسترش یافتن آن دارد، بلکه به میزان چسبندگی بین پوشش و ضخامت پوشش آن نیز بستگی دارد. یک پوشش برای اینکه کارایی بهتری داشته باشد، باید از چقرمگی و انعطاف‌پذیری بالایی برخوردار باشد.

این آزمون مطابق با استانداردهای ASTM D522 و ISO 6860 و ISO 1519 قابل انجام است [۱۲]، که در مخازن باید براساس استاندارد ASTM D522 به روش B و با استفاده از یک میله به قطر ۱۲/۷ میلیمتر(۰/۵ اینچ) انجام شود. این آزمون در دمای منهای ۲۰ درجه سلسیوس روی نمونه‌هایی با ضخامت پوشش مشخص شده مورد بررسی، انجام می‌شود. در این آزمون نباید هیچگونه ترک قابل مشاهده با چشم وجود داشته باشد [۳].

■ آزمون تعیین مقاومت در برابر ضربه[۲۹]

به‌طور کلی، این آزمون برای تعیین میزان چقرمگی پوشش‌ها به‌کار می‌رود و بسیار سخت‌تر از شرایط عملیاتی واقعی هستند. به‌دلیل این که آزمون‌ها به‌طور معمول، روی پوشش‌های تازه اعمال می‌شوند و از آنجایی که پوشش در طول زمان و بر اثر تبخیر نرم کننده‌های آزاد و همچنین تغییرات شبکه‌ای شدن مقاومت خود را از دست می‌دهد، شرایط آزمون باید دشوارتر از حالت واقعی باشد تا بتوان سرویس‌دهی پوشش در مدت زمان‌های طولانی را پیش‌بینی نماید [۱۶].

این آزمون برای مخازن، باید براساس استاندارد ASTM D2794 انجام شود. در این آزمون، پوشش باید ضربه رو به جلو برابر با ۱۸ ژول را در دمای اتاق با موفقیت پشت سر بگذارد [۳]. در شکل (۱۷) دستگاه آزمون ضربه رنگ و پوشش قابل مشاهده است.

شکل (۱۷): دستگاه آزمون ضربه رنگ و پوشش [۱۹].

■ آزمون مقاومت در برابر مواد شیمیایی[۳۰]

مقاومت در برابر مواد شیمیایی متناسب با شرایط استفاده محصول نهایی است و باید پیش از استفاده در نظر گرفته شود. تخریب شیمیایی می‌تواند شامل نرم شدن، باد کردن، از دست دادن چسبندگی و کاهش براقیت و غیره باشد. عامل اساسی در بررسی کیفیت یک پوشش، توانایی یک پوشش در مقابله با تخریب شیمیایی است [۱۶].

این آزمون برای مخازن در معرض فشار بدون درز، باید براساس استاندارد ملی ایران به شماره ۱۹۱۸۵ انجام شود. آزمون باید با استفاده از روش لکه روباز[۳۱] انجام شود. این آزمون بدین صورت است که پوشش باید به مدت ۱۰۰ ساعت در معرض محلول ۳۰ درصد اسید سولفوریک و به مدت ۲۴ ساعت در معرض پلی آلکالن گلیکول (مانند روغن ترمز) قرار گیرد. در پوشش نباید هیچگونه نشانه‌ای از بلند شدن، تاول زدگی یا نرم شدن مشاهده شود. همچنین میزان چسبندگی پوشش براساس استاندارد ASTM D3359 باید برابر با 3B و همچنین بیشینه افت مجاز شفافیت پوشش باید ۲۰ درصد باشد [۳].

■ آزمون مه نمکی[۳۲]

اساس کار در اینجا، خوردگی تسریع شده با نمک اسپری شده مصنوعی از ترکیبات معین در دما و فشار دقیق است. میزان خوردگی با مقایسه مقیاس‌های استاندارد، ارزیابی می‌شود. در این آزمایش طبق استاندارد EN ISO 7235، سه ورق رنگ‌آمیزی شده با رنگ پودری که پیش از این، روی آنها یک خراش با عرض یک میلیمتر و به طول ۱۰ سانتیمتر ایجاد شده‌است را درون محفظه هوای گرم و مرطوب قرار می‌دهند و سپس محلول غلیظ آب نمک روی آنها پاشیده می‌شود. آب مقطر به‌صورت محلول نمکی ۵ درصد با رطوبت نسبی ۸۵-۹۰ درصد و دمای ۳۵ درجه سانتی‌گراد و هوای خالص با فشار ۰/۱ مگاپاسکال و با دقت ۲۰ درصد به داخل اسپری می‌شود [۱۶]. شکل (۱۸) چگونگی قرارگیری مخزن در داخل دستگاه را نشان می‌دهد.

شکل (۱۸): نمایی از دستگاه آزمون مه نمکی [۶].

در این آزمون، مطابق با استاندارد ملی ایران به شماره ۱۰۳۱۵، نگهداری و در نتیجه گود افتادگی در محل نشانه حک شده روی سیلندر نباید از سه میلیمتر بیشتر شود و همچنین نباید هیچگونه اثری از تاول‌زدگی در پوشش مشاهده شود. همچنین میزان چسبندگی پوشش بر اساس استاندارد ASTM D3359 باید برابر با 3B باشد [۳].

■ آزمون ضخامت‌سنجی پوشش[۳۳]

در این آزمایش طبق استاندارد ISO 2808، ضخامت لایه رنگ با دستگاه ضخامت‌سنج اندازه‌گیری می‌شود (شکل (۱۹)). در این روش، ضخامت در پنج نقطه از پیش تعریف شده روی سطح حداقل یک سانتی‌متر مربع، سه مرتبه سنجیده می‌شود. میانگین ارقام به‌دست آمده در هر نقطه، به‌عنوان نتیجه آزمایش در گزارش آزمایشگاه ثبت می‌شود. هیچ یک از این ارقام نباید کمتر از ۸۰ درصد رقم مورد تایید باشد، در غیر این صورت، آزمایش مردود اعلام می‌شود [۱۶]. در مخازن نوع یک، در هر بهر تولیدی، باید به‌صورت صد درصدی این آزمون غیر مخرب انجام شود [۳].

شکل (۱۹): چگونگی انجام آزمون ضخامت‌سنجی رنگ به روش فراصوت [۲۰].

■ آزمون مقاومت در برابر کنده شدن (ورقه ورقه شدن)[۳۴]

پوشش در دمای اتاق باید براساس استاندارد ASTM D3170 انجام شود. در این آزمون، میزان مقاومت پوشش در برابر کنده شدن باید برابر با 7A یا بهتر باشد. همچنین هیچ قسمتی از زیر لایه پوشش نباید نمایان شود [۳].

▣ عدم انطباق با الزامات آزمون

درصورت عدم انطباق با الزامات آزمون، باید آزمون یا عملیات حرارتی دوباره و یا باید در شرایط زیر، دوباره انجام شود:

- درصورت بدیهی بودن وقوع اشتباه یا خطای اندازه‌گیری در انجام یک آزمون، آزمون دیگری باید انجام شود. اگر نتایج این آزمون مجدد، رضایت‌بخش باشد باید از نتایج آزمون اولیه چشم‌پوشی شود.
- چنانچه آزمون، با روش مناسبی انجام شده باشد، علت عدم انطباق آزمون باید مشخص و دوباره آزمون انجام شود. اگر تصور شود که این عدم انطباق ناشی از عملیات حرارتی به‌کار گرفته شده‌است، آنگاه سازنده باید روی تمام سیلندرهای بهر عملیات حرارتی دیگری را انجام دهد. اگر عدم انطباق، ناشی از عملیات حرارتی به‌کار گرفته شده نباشد، تمام سیلندرهای معیوب باید از رده خارج و یا با استفاده از یک روش مورد تایید، ترمیم شوند. سپس سیلندرهای از رده خارج نشده به‌عنوان یک بهر جدید در نظر گرفته می‌شوند. در هر دو حالت ذکر شده، بهر جدید باید مورد آزمون مجدد قرار گیرد. تمام آزمون‌های نمونه اولیه یا بهر که برای سنجش پذیرش بهر جدید الزامی هستند باید دوباره انجام و اگر نتایج یک یا چند آزمون حتی در حد جزئی رضایت‌بخش نباشد، باید تمام سیلندرهای بهر مردود تلقی شوند [۳ و ۴].

نتیجه‌گیری

با توجه به اهمیت موضوع کیفیت، ایمنی و سلامت کاربران و استفاده کنندگان از مخازن در معرض فشار بدون درز، ارزیابی‌های گوناگونی برای صحه‌گذاری کیفی محصولات در کارخانه تولیدی این نوع مخازن صورت می‌گیرد. این بررسی‌ها به‌صورت اجباری و با نظارت سازمان ملی استاندارد و در مراحل تأیید طراحی، تأیید نوع، حین تولید، پس از تولید و پس از استفاده انجام می‌شوند. تمام مواد ورودی مورد نیاز نیز کنترل می‌شوند تا با استانداردهای مربوط مطابقت داشته باشند.

پس از دریافت تأییدیه‌های اولیه و تولید مخازن، محصولاتی که به‌صورت متوالی با فرآیند ساخت مشابه و در شرایط یکسانی تولید می‌شوند، به‌عنوان یک بهر تولیدی در نظر گرفته می‌شوند. برخی آزمون‌ها به‌صورت کامل روی همه مخازن و برخی آزمون‌ها نیز به‌صورت نمونه‌برداری از هر بهر انجام می‌شود. این آزمون‌ها شامل آزمون‌های خواص مواد همچون تعیین استحکام، خواص مکانیکی و شیمیایی فلزات و مواد غیر فلزی، آزمون‌های عمومی و عملکردی روی مخازن فلزی و کامپوزیتی بدون درز مانند آزمون‌های چرخه فشار در دمای محیط، نشت‌یابی، قرارگیری در معرض آتش، نفوذ گلوله، فشار هیدرواستاتیک و سایر آزمون‌های عملکردی، آزمون‌های تخصصی مخازن خودرویی و صنعتی نوع ۲، ۳ و ۴ همچون آزمون‌های محیط اسیدی، چرخه فشار در دمای کم و بسیار بالا، خزش، تعیین رواداری ترک، شکست و پارگی تسریعی و غیره انجام می‌شود. آزمون‌های غیر مخربی همچون آزمون‌های ذرات مغناطیس، ترک‌یابی و ضخامت‌سنجی به روش آلتراسونیک و نیز آزمون‌های چسبندگی، انعطاف‌پذیری، ضخامت‌سنجی و سایر آزمون‌های پوشش و رنگ نیز از دیگر آزمون‌هایی است که روی این دسته از مخازن انجام می‌شود.

پس از ارزیابی صورت گرفته به‌وسیله تجهیزات اندازه‌گیری استاندارد، درصورت عدم انطباق نتایج آزمون با الزامات تعیین شده، درصورت وقوع اشتباه یا وجود خطای اندازه‌گیری در انجام آن، آزمون دیگری باید انجام شود. اگر تصور شود که این عدم انطباق ناشی از عملیات حرارتی به‌کار گرفته شده‌است؛ آنگاه سازنده باید روی تمام سیلندرهای بهر عملیات حرارتی دیگری را انجام دهد. اگر عدم انطباق، ناشی از عملیات حرارتی به‌کار گرفته شده نباشد، تمام سیلندرهای معیوب باید از رده خارج و یا با استفاده از یک روش مورد تایید، ترمیم شوند.

بنابراین، براساس مطالب ارائه شده و با توجه به انجام تعداد بالای آزمون‌های سختگیرانه و تأیید آن مطابق با استانداردهای مرجع در یک آزمایشگاه دارای صلاحیت و همچنین کنترل مداوم کیفی، قابلیت اطمینان و سطح بالای ایمنی این مخازن تضمین می‌شود.

پی‌نوشت

۱. کارشناسی ارشد مدیریت بازرگانی و مهندسی متالورژی، مدیر آزمایشگاه توسعه اندیشان اطلس (توانا)

2. Ambient temperature pressure cycling
3. Leak Test
4. Bonfire Test
5. Hydrostatic pressure burst Test
6. Hydrostatic Pressure Test
7. Volumetric expansion Test
8. Proof pressure Test
9. Penetration Test
10. Leak before break (LBB) Test
11. Non Destractive Test (NDT)
12. Magnetic Particle Testing (MT)
13. Ultrasonic Testing (UT)
14. Pulls echo
15. UT Thickness measurement
16. Environmental Test
17. Extreme temperature pressure cycling Test
18. High temperature creep Test
19. Composite flaw tolerance Test
20. Accelerated stress rupture Test
21. Impact damage Test (Drop Test)
22. Permeation Test
23. Boss torque Test
24. Natural gas cycling Test
25. Coating & Painting Performance Tests
26. Adhesion Test
27. Cross Cutter
28. Flexibility Test
29. Impact Resistance Test
30. Chemical Resistance Test
31. Lifting
32. Salt Spray Test
33. Coating Thickness measurement
34. Resistance to Chipping

مراجع

[۱] دیتر، جورج ای. (۱۹۸۸). متالورژی مکانیکی، ترجمه شهره شهیدی، چاپ اول، مرکز نشر دانشگاهی، تهران.

[2] tavana-grp.com

[3] ECE R110, (2014), High pressure cylinders for the onboard storage of natural gas as a fuel for automotive vehicles.

[4] ISO 9809, (2019), Gas cylinders - Design, construction and Testing of refillable seamless steel gas cylinders and tubes.

[5] bam.de

[6] faber-italy.com

[۷] نایار، آلوک. (۱۳۹۹). راهنمای تست مواد - مکانیکی و متالورژیکی، مترجم امیر خاکزاد، چاپ چهارم، انتشارات طراح، تهران.

[8] cruxweld.com

[9] infobrother.com

[10] سایت ایران مواد: www.iran-mavad.com

[11] rdworldonline.com

[12] leebtest.com

[13] BS EN ISO 11439, (2013), Gas cylinders - High pressure cylinders for the on-board storage of natural gas as a fuel for automotive vehicles.

[14] ISO 11119, (2020), Gas cylinders - Design, construction and testing of refillable composite gas cylinders and tubes.

[15] boxousa.com

[۱۶] رجب‌زاده، حجت و چنگیزیان، سینا. (۱۳۹۷). مبانی علمی و عملی رنگ‌های پودری الکترواستاتیک، چاپ اول، جهاد دانشگاهی واحد صنعتی امیرکبیر، تهران.

[17] industrialphysics.com

[18] saidaglass.com

[19] industrialphysics.com

[20] metertestlab.co.uk

نویسنده
فرشاد جعفری
*farshadjafary1269@gmail.com

مروری بر مقاومت گریس در برابر آب

واژه‌های کلیدی
آلودگی گریس، آلودگی آب، مقاومت گریس، پایداری گریس.

چکیده

بسیاری از ترکیبات روانکار گریس در محیط‌های مرطوب کار می‌کنند که این امر موجب آلودگی آب، کاهش عملکرد و طول عمر گریس می‌شود. زمانی که گریس با ویژگی‌های قوام مناسب در برابر آب انتخاب می‌شود، می‌تواند تاثیر فراوانی در طول عمر یک قطعه روانکاری شده داشته باشد. استانداردهای صنعتی سعی در ارزیابی مقاومت گریس در برابر آب را دارند. تحقیقات انجام شده نشان می‌دهد که درک کامل مقاومت گریس در برابر آب، نیازمند تطبیق عملکرد صحیح مورد نیاز گریس به یک برنامه است. این مقاله مروری، تعامل گریس و آب را ارائه و استانداردهای مقاومت گریس در برابرآب موجود را پوشش می‌دهد. همچنین در این مقاله، نتایج آزمایش‌های موجود را مورد بحث قرار می‌دهد و برای توصیف اثرات آب بر گریس، نیاز به استانداردهای معنی‌دارتر را نشان می‌دهد و اقدامات اضافی را برای توصیف مقاومت گریس در برابر آب پیشنهاد می‌کند.

مقدمه

آب یکی از رایج‌ترین آلاینده‌هایی است که در عملکرد ماشین‌آلات اختلال ایجاد می‌کند. زمانی که یاتاقان‌ها به‌طور کامل آب‌بندی نشده باشند، آب به داخل یاتاقان نفوذ پیدا می‌کند و با روانکار گریس در سایر قسمت‌های دستگاه مخلوط می‌شود. آلودگی آب، بیشتر ویژگی‌های شیمیایی و ویسکوزیته گریس را تغییر می‌دهد که به خرابی دستگاه از طریق تشدید خوردگی و اکسیداسیون و نشتی منجر شده و در نتیجه، موجب کاهش جریان و ویسکوزیته روغن می‌شود [۱ و ۲]. غلظت‌های کمتر از ۱۰۰ ppm می‌تواند تغییرات قابل توجهی در عملکرد روانکار داشته باشد و موجب فرسودگی و کاهش عمر یاتاقان شود [۳]. برای عملکرد گریس به‌منظور جلوگیری از شکست طبیعی در کارخانه‌های تولید فولاد [۴ - ۶]، کارخانه‌های کاغذ [۷]، تجهیزات معدن [۸]، مواد غذایی و یاتاقان چرخ، استفاده از آب امری ضروری است. یکی از نگرانی‌های خاص صنعت روانکاری با گریس یاتاقان‌های غلتشی[۲] است که در آن آب آزاد باعث خوردگی و خرابی یاتاقان می‌شود [۹].

برای انتخاب گریس مناسب، کاربر به‌طور معمول به دنبال گریسی است که آب آزاد در ساختار خود نداشته باشد. گاهی این به معنای شناسایی گریس ضد آب است که آب‌بندی خوبی را فراهم می‌کند و به‌منظور آب‌بندی مناسب و جلوگیری از نفوذ آب به داخل تجهیز مورد استفاده برای یاتاقان‌هایی که سرعت کمی دارند، باید حجم بزرگی از آن را با گریس پر کرد [۱۰]. با این حال، برای یاتاقان‌هایی که با سرعت‌های بالاتر کار می‌کنند، پر کردن بیش از حد یاتاقان‌ها منجر به کوبیده شدن گریس و عملکرد ضعیف روانکار می‌شود. در چنین یاتاقان‌هایی، برای جلوگیری و محافظت از ورود آب به داخل یاتاقان باید از محافظت کننده‌های دیگری مانند سپرها و بست‌های یاتاقان استفاده کرد. در چنین شرایطی ممکن است ترجیح

داده شود که ازگریسی استفاده شود که توانایی جذب آب به مقدار مشخص و یا توانایی جذب آب را به راحتی داشته باشد. در موارد دیگر، ممکن است تا حد امکان برای گریس مورد نظر، خواص ویسکوزیته، کمتر تحت تأثیر قرار گیرد تا به میزان کافی عملکرد حفظ شود. ارائه اطلاعات در مورد همه این ویژگی‌ها به کاربر این امکان را می‌دهد که با دقت بیشتر، گریسی را برای کاربرد معین انتخاب کند.

به‌طور کلی، یکی از مهمترین ویژگی‌های گریس، مقاوت در برابر حل شدن در آب است. ضخامت، قوام لایه گریس، عدم واکنش با آب، حفظ ساختار گریس، چسبندگی مناسب به سطوح و جلوگیری از خوردگی سطوح دستگاهی از عوامل مهم دیگر است [۹ و ۱۱و ۱۴]. از استانداردهای موجود برای اندازه‌گیری خواص گریس می‌توان به موارد ذیل اشاره نمود:

مقاومت استاتیک آب (DIN 51807) [۱۵]، مقاومت و پایداری (ASTM D7342) [۱۶] و (D8022) [۱۷]، چسبندگی سطح (ASTM D1264) [۱۸] و (D4049) [۱۹]، جلوگیری از خوردگی (ASTM D1743 [۲۰]، D6138 [۲۱]، D5969 [۲۲]، D7038 [۲۳] و D4048 [۲۴]).

این آزمایش‌ها هیچ اطلاعاتی در مورد چگونگی تغییر قوام گریس به دلیل منحصراً آب، ارائه نمی‌دهند و فقط بیشینه مقدار پتانسیل جذب آب با استفاده از گریس را بررسی می‌کنند. گریس‌های آلوده می‌توانند روانکاری یک لایه نازک و بی‌کیفیت را انجام دهند. بنابراین، محققان آزمایش‌هایی را برای رفع این نگرانی‌ها توسعه داده‌اند. امروزه استانداردهایی برای شناسایی گریس‌های مقاوم در برابر آب وجود دارد، اما متاسفانه به دلیل کمبود استانداردها و نبود اطلاعات لازم، صنایع نمی‌توانند به مصرف کننده درباره انتخاب گریس مقاوم در برابر آب کمکی کنند.

در واقع، کمیتی قابل اعتماد در ارتباط با شناخت ویژگی مقاومت در برابر آب و گریس به‌منظور کمک به تولید کنندگان و کاربران مورد نیاز است. آزمون‌های مربوط به آزمون استاندارد و توصیه‌های رایج در ارتباط با گریس و نتایج آزمایش‌ها توسط محققان مختلف نشان می‌دهد که عدم درک ماهیت مقاومت در برابر آب، منجر به توجیه ضعیف برای انتخاب گریس در محیط‌های مرطوب می‌شود.

جزئیات آلودگی آب

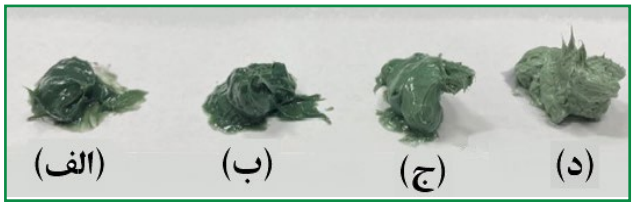
تقابل گریس و آب

برخلاف موارد روغن و آب، که در آن مقدار بسیار کمی آب می‌تواند جذب شود [۳]، گریس توانایی جذب مقادیر بالایی از آب را دارد. گریس به دلیل ماهیت قطبی غلیظ کننده و مواد افزودنی موجود در آن، قادر است مقدار قابل توجهی آب را جذب کند [۲۵]. به‌طور خاص، درجه‌ای که گریس می‌تواند آب را جذب کند، به شدت به غلظت و ماهیت اجزای فعال سطح بستگی دارد [۲۶]. با این وجود، تحقیقات اخیر نشان می‌دهد که روغن پایه می‌تواند نقش مهمی در عملکرد گریس آلوده به آب داشته باشد [۲۷]. به‌منظور جلوگیری از پتانسیل واکنش‌های هیدرولیتیک مضر به‌عنوان مثال: پلی الفین‌ها، ممکن است روغن پایه با مقدار زیاد در نظر گرفته شود [۲۸].

آب موجود در گریس می‌تواند در سه فاز: محلول، امولسیون شده و آزاد وجود داشته باشد [۱۴]. اگر آب حل شود یا به‌صورت امولسیون در گریس درآید، می‌توان آن را جذب شده در نظر گرفت.

وقتی آب، داخل گریس حل می‌شود، هیچ تغییر بصری وجود ندارد. با این حال، زمانی که به نقطه اشباع می‌رسد و آب امولسیون می‌شود، ظاهر آن به‌طور قابل توجهی تغییر می‌کند (شکل (۱)) [۲۹]. برای تشکیل امولسیون، تا زمانی که در داخل گریس پراکنده و یک دست شود لازم است همزدن آب ادامه پیدا کند [۴].

به‌طور کلی، آب امولسیون شده و آزاد بیشترین آسیب را به یاتاقان‌ها وارد می‌کند. از آنجایی که امولسیون می‌تواند استحکام لایه پوششی را کاهش دهد، آب آزاد به راحتی می‌تواند باعث آسیب خوردگی شود [۲۸].



شکل (۱): (الف): با صفر درصد آب، (ب): با ۱ درصد آب، (ج): با ۱۰ درصد آب گریس و (د): با ۵۰ درصد آب [۲۹].

گریس قادر است امولسیون‌های پایدار را تشکیل دهد و آب را حتی زمانی که در معرض حرارت و یا در محیط خشک قرار گیرد به راحتی از دست نمی‌دهد [۱۴].

هنگامی که گریس در معرض هوا قرار می‌گیرد، آب موجود در گریس به‌طور تصاعدی با گذشت زمان کاهش می‌یابد اما به مقدار محدودی می‌رسد که در آن لایه بیرونی «خشک» می‌شود و از خروج آب از لایه‌های داخلی به جو جلوگیری می‌کند.

به نظر می‌رسد که لایه بیرونی خشک گریس بدون توجه به ذرات گریس دارای ضخامت یکسانی است [۱۴]. واضح است که تحقیقات بیشتری درباره فعالیت حمل و نقل آب برای توصیف مناسب این پدیده مورد نیاز است [۲۷]. اگرچه تحقیقات اخیر نشان می‌دهد که دو گروه متمایز از آب که دارای سرعت‌های نفوذ متفاوت هستند را شناسایی کرده‌اند. درک بهتر ماهیت این گروه‌ها ممکن است به سوالات مهمی درباره تعامل روانکار گریس با آب پاسخ دهد.

آلودگی آب که منجر به خرابی ماشین‌آلات می‌شود

درک اینکه چگونه آب باعث از کار افتادن اجزای روغن کاری شده با گریس می‌شود، کاربران را به تفکر بیشتر به‌منظور جلوگیری از این عمل وادار می‌کند.

به‌طور کلی، آب به‌طور همزمان موجب از کار افتادن ماشین‌آلات و آسیب رساندن به سطوح یاتاقان می‌شود و بر عملکرد روان کننده تاثیرگذار است. برای جلوگیری از آسیب به سطوح، یاتاقان‌ها باید با یک لایه محافظ روان کننده پوشانده شوند، بدون آن که سطوح در معرض خوردگی قرار گیرند [۳۰]. این امر بیشتر پس از جابه‌جایی آب و گریس بین سطوح به‌طور مستقیم اتفاق می‌افتد [۲۸]. تاثیر توانایی حداقل جذب آب با گریس بسیار می‌تواند مفید باشد، زیرا که آب آزاد منجر به خوردگی می‌شود [۱۱ و ۳۰-۳۱]. با این حال، آب می‌تواند از طریق حفرات و میکروترک‌ها به سطوح یاتاقان‌ها نیز آسیب برساند [۳۲]. این اثرات در طول زمان انباشته می‌شود و می‌تواند به‌طور چشمگیری طول عمر یاتاقان را کاهش دهد. اگرچه آسیب به یاتاقان‌ها یکی از دلایل اصلی خرابی است اما تاثیر آب بر روان کننده نیز باید در نظر گرفته شود. شاید مهمتر از همه،آلودگی آب باشد که به‌عنوان کاتالیزور عمل می‌کند و باعث اکسیداسیون تمام گریس‌ها می‌شود و درنهایت، عملکرد گریس را به‌طور قابل توجهی کاهش می‌دهد [۱۴]. همچنین آب، افزودنی‌های ضد سایش و افزودنی‌های فشار بالا [۳۳] را کاهش و هیدرولیز را افزایش می‌دهد [۲۸ و ۳۴] که این امر منجر به تولید اسید و همین اسیدها، باعث ایجاد خط و خش در سطح یاتاقان می‌شود.

آب باعث تغییر ساختار تغلیظ کننده می‌شود که این تغییر ساختار، بستگی به نوع تغلیظ کننده دارد [۳۰]. در دمای پایین،آب آزاد می‌تواند به راحتی در شبکه منجمد شود و جریان روغن را مختل کند که منجر به افزایش نیروی گشتاور در لحظه استارت می‌شود [۱۳ و ۳۵]. به‌طور کلی، تاثیر آب را می‌توان با کاهش ویسکوزیته و کاهش غلظت پوشش داده شده گریس و کاهش ظرفیت بارگیری گریس بر یاتاقان مشاهده نمود [۲۸].

برای جلوگیری از آسیب رسیدن به گریس، باید نقاط ضعف دستگاه شناسایی و گریسی مناسب انتخاب شود. همچنین باید مقدار آبی که به نیروی دستگاه وارد و دستگاه با آن مواجه می‌شود، محاسبه و اندازه‌گیری دقیق نمود و از ورود هرگونه آب به دستگاه که باعث نرمی و شستشوی گریس شود، جلوگیری کرد. به‌منظور جلوگیری از نرم شدن گریس، روغن پایه با ویسکوزیته مناسب انتخاب و افزودنی‌های پلیمری استفاده شود. دستگاه‌هایی که با سرعت کمتری حرکت می‌کنند، اجازه می‌دهند که گریس مقدار زیادی از سطح تجهیزات را پوشش دهد و به‌عنوان یک پوشش کامل عمل کند. اگر ورود آب اجتناب ناپذیر باشد، باید گریسی انتخاب نمود که در عین حفظ خواص ویسکوزیته، قادر به جذب مقادیر زیادی آب باشد و خواص روانکاری خود را از دست ندهد.

آزمون‌های استاندارد مربوطه

استانداردهای مربوط به آب مستقیم

جدول (۱) خلاصه‌ای از استانداردهای مربوطه را ارائه می‌دهد و مقاومت گریس در برابر آب را توصیف می‌کند. این استانداردها شامل:

ASTM D7342/D8022 (پایداری در آب)، DIN 51807 (مقاومت در برابر آب)، D1264 (شستشو با آب)، ASTM D4049 (اسپری آب) و ASTM D1743/D6138/D5969/D7038/D4048 (جلوگیری از خوردگی) است. در این میان، رایج‌ترین استاندارد مرجع برای گریس‌های آلوده به آب ASTM D1264 است که به‌عنوان شستشوی آب نیز شناخته می‌شود.

این آزمایش شامل پر کردن یاتاقان با گریس و پاشیدن آب با دمای مناسب گریس، در محافظ یاتاقان است که پس از اتمام آزمون، مقدار گریس باقی‌مانده در بلبرینگ وزن شده و درصد گریس از دست رفته گزارش می‌شود. این آزمون با هدف نشان دادن توانایی گریس برای باقی ماندن درون یاتاقان در حالی که با استفاده از آب شستشو می‌شود، طراحی شده‌است.

جدول (۱): خلاصه استانداردهای موجود در مورد آلودگی آب در گریس [۱۵ تا ۲۴]

آزمون	روش	نظرات
پایداری آب	گریس و آب را مخلوط کنید سپس در معرض برش قرار دهید.	پایداری مکانیکی نیز در آن گنجانده شده‌است.
پایداری رول مرطوب	روغن و آب را جداگانه به آن اضافه کنید سیلندر را به مدت ۲ ساعت بچرخانید. ثبت نفوذ اولیه و نهایی	پایداری مکانیکی موجود، ظرفیت گریس و جذب آب را در نظر نمی‌گیرد.
مقاومت آب	نوار آزمون روکش شده با گریس را در آب فرو کنید. بازرسی تغییر به‌صورت دیدن بصری	نتایج عملکرد را نشان نمی‌دهد.
شستشوی آب	اضافه کردن گریس به یاتاقان و شستشوی آن با آب و وزن کردن قبل و بعد گریس	آزمون رایج، توانایی گریس در حفظ آب
اسپری آب	بشقاب روکش شده با گریس را به‌طور مستقیم با آب اسپری کنید. ثبت وزن اولیه و نهایی	آزمون گریس که نشان‌دهنده حفظ آب با استفاده از گریس است.
پیشگیری از خوردگی	نوار آزمون روکش شده با گریس را در آب فرو کنید. بازرسی تغییر به‌صورت دیدن بصری	آزمون رایج به‌طور کامل تقابل گریس با آب را توصیف نمی‌کند.

آزمون اسپری آب که در استاندارد ASTM D4049 توضیح داده شد، شبیه به استاندارد ASTM D1264 است اما در استاندارد ASTM D1264، گریس به‌طور مستقیم با آب شستشو می‌شود در حالی که در ASTM D4049، گریس در یک صفحه صاف پخش می‌شود و در

نتیجه، درصد جرم در طول آزمایش کاهش پیدا می‌کند. تفاوت آزمون اسپری آب با آزمون شستشو در این است که در آزمون اسپری آب، گریس به‌طور مستقیم با آب پاشیده شده شستشو می‌شود ولی در آزمون شستشوی گریس، آب به‌طور غیر مستقیم گریس را شستشو می‌دهد.

این تفاوت آزمون تا حدودی بحث برانگیز است؛ زیرا مشخص نیست که آیا ماهیت فرسایشی آب مهمتر از اثرات آلودگی آب است یا خیر اما در هر دو آزمون، امکان افزایش وزن به دلیل جذب آب وجود دارد [۳۶].

توانایی گریس برای حفظ آب می‌تواند به‌طور ناخواسته در نتایج تاثیرگذار باشد. مقاومت گریس به استحکام آن بستگی دارد و به‌طور مستقیم با توانایی مقاومت در برابر نشت و ایجاد کانال‌های پایدار در یاتاقان‌ها مرتبط است [۲۶]. اگر قوام گریس به میزان قابل توجهی نرم شود، می‌تواند منجر به نشتی و به هم ریختن گریس شود و عملکرد روانکاری ضعیفی را به همراه داشته باشد. یکی از عوامل مهم گریس مقاومت آن است، در نتیجه، اندازه‌گیری مقاومت با اضافه شدن مقدار آب می‌تواند به کاربر کمک کند که انتخاب خوبی برای کارکرد در محیط‌های مرطوب داشته باشد. استاندارد ASTM D7342 آزمایش پایداری آب بوده که شامل کار طولانی مدت گریس در آب است. در این آزمون ۱۰۰۰۰۰ ضربه به گریس در آب وارد می‌شود و قوام گریس قبل و بعد از آزمایش با آزمون نفوذ اندازه‌گیری می‌شود. تفاوت این دو عدد به‌عنوان پایداری برشی گریس مرطوب گزارش می‌شود. اگرچه پایداری برشی یکی از ویژگی‌های حیاتی گریس است، اما این آزمون، اطلاعات کمی در مورد تغییرات مقاومت گریس در آب را به ما می‌دهد؛ زیرا گریس بدون آب پایداری مقاومت مکانیکی پایینی دارد و علاوه‌بر این، غلظت آب در گریس با ۱۰ درصد وزنی آب ثابت است. این بدان معنی است که با توجه به ماهیت گریس‌ها، برخی از گریس‌ها می‌توانند آب را جذب و برخی دیگر قادر به جذب آب نیستند. معایب مشابهی برای رطوبت وجود دارد، به‌عنوان مثال: آزمون پایداری رول (ASTM D8022) شامل برش گریس، ثبت اولیه و نفوذ نهایی است. تفاوت اصلی این است که در آزمون پایداری رول مرطوب، قبل از شروع برش، آب و گریس با هم مخلوط نمی‌شوند. استاندارد DIN 51807، به دنبال توصیف مقاومت گریس در برابر آب با پوشش یک صفحه شیشه‌ای با گریس و فرو بردن آن در آب است. بعد از مدتی، صفحه از آب خارج می‌شود و هر دو نمونه گریس و آب از نظر تغییر رنگ یا سایر تغییرات فیزیکی به‌صورت بصری بررسی می‌شوند. سپس نمونه در مقیاس (۰) تا (۳) درجه‌بندی می‌شود که (۰) نشان‌دهنده عدم تغییر و (۳) نشان‌دهنده تغییری چشمگیر است. این آزمون تا حدودی تجربی است، زیرا تجربه ناظر به احتمال زیاد بر تعیین درجه تأثیر می‌گذارد. علاوه‌بر این، بازرسی بصری به‌طور مستقیم، اطلاعات معناداری در مورد عملکرد گریس به ما نمی‌دهد. مجموعه استانداردهای باقی‌مانده مربوط به گریس‌های آلوده به آب، برای توصیف خواص جلوگیری از خوردگی گریس در نظر گرفته می‌شود. متداول‌ترین آزمون استاندارد ASTM D1743 است، اما آزمون‌های مشابه دیگری نیز وجود دارد. این آزمون‌ها به‌طور معمول با پر کردن یاتاقان با گریس یا نوار آزمون و فرو بردن آن در آب و سپس نگهداری آن در دمای بالا برای مدت طولانی انجام می‌شوند و زمانی که آزمون کامل می‌شود، نمونه به‌صورت بصری برای خوردگی اتفاق افتاده، بررسی می‌شود و درجه خوردگی را به آن اختصاص می‌دهند. هدف از این آزمون‌ها، تعیین این مطلب است که آیا گریس برای استفاده در محیط مرطوب مناسب است و میزان مقاومت خوردگی آن چقدر است. با این حال گریسی ترجیح داده می‌شود که آب را جذب کند تا در سیستم آب آزاد وجود نداشته باشد. واضح است که استانداردهای بیشتری برای توصیف عملکرد درجه آب و گریس مورد نیاز است؛ برای این منظور، بسیاری از محققان، استانداردهای موجود را اصلاح کرده و آزمون‌های خود را توسعه دادند.

آزمون‌هایی که قادر به توصیف تغییرات ناشی از آب هستند

محققانی همچون لکنر [۲۶]، میستری [۱۳]، ناگارکوتی [۵ و ۳۷] و دیگران کارهای متعددی انجام دادند. آنها آزمون‌هایی را با استفاده از استانداردها برای یک نمونه آلوده و غیرآلوده انجام و سپس نتایج را مقایسه کردند. آزمایش‌های دیگری از جمله بسیاری از آزمایش‌های سوریاک[۳] [۱۱ و ۳۸]، بوسمن و همکاران براساس استانداردها نبودند و استانداردها را در منزل توسعه دادند [۳۹ و ۴۰]. خلاصه‌ای از این آزمون‌ها در جدول (۲) ارائه شده‌است.

جدول (۲): خلاصه آزمایش‌هایی که قادر به توصیف تغییرات ناشی از آب هستند [۴۱ تا ۴۸].

آزمون	روش	نظرات
ثبت تغییرات نفوذ	ثبت نفوذ مخلوط آب و گریس پس از ۱۰۰۰۰۰ ضربه	اثرات برش مکانیکی بر نتایج
بازده تنش / نقطه تغییر جریان	روغن و آب را جداگانه به گریس اضافه کنید. سیلندر را به مدت ۲ ساعت بچرخانید. ثبت نفوذ اولیه و نهایی	تعاریف مختلف اثر تنش
پایداری رول	ثبت نفوذ گریس و اضافه کردن گریس وآب به‌صورت جداگانه و سپس چرخش سیلندر به مدت ۲ ساعت و ثبت نفوذ	اثرات برش مکانیکی بر نتایج
ضخامت لایه پوششی	دستگاه ضخامت‌سنج	لایه ضخیم به‌طور مستقیم، روانکاری خوب را نشان نمی‌دهد.
ریزش روغن	گریس را بالای یک مش قرار دهید و فشار اعمال نموده و وزن ماده خارج شده را ثبت کنید.	ترکیبات ریزش کرده نامشخص هستند.
روانکاری	از ماشین‌آلات، آزمون ۴ توپ و آزمون تیمکن	آزمون ۴ توپ ساده به نظر می‌رسد اما این طور نیست. عملکرد بلبرینگ را به دقت نشان می‌دهد.
گشتاور دمای پایین	بلبرینگ را به‌طور کامل با گریس پر کنید و اجازه دهید به دمای مطلوب برسد. اندازه‌گیری گشتاور برای شروع چرخش بلبرینگ و گشتاور بعد از ۶۰ دقیقه چرخش	نتیجه می‌تواند تاثیر قابل توجه‌ای از نفوذ آب را نشان دهد.
جذب آب	اختلاط گریس و آب به‌طور مناسب طی مدت زمان کافی برای حذف آب آزاد	بدون آزمون استاندارد تعیین دقیق نقطه امولسیون سازی دشوار است.

رایج‌ترین آزمایش گریس، آزمایش نفوذ قیف است، زیرا برای تعیین درجه قوام آن، گریس استفاده می‌شود. برای انجام این آزمون، یک قیف فلزی به داخل نمونه گریس انداخته می‌شود و پس از ۵ ثانیه مقدار نفوذ قیف اندازه‌گیری می‌شود که به آن درجه نفوذ گریس گفته می‌شود. راه دیگر برای نشان دادن قوام، اندازه‌گیری بازده استرس است که هیچ استانداردی برای این آزمون وجود ندارد [۴۸]. آزمون پایداری غلتک، شامل قرار دادن نمونه گریس در معرض برش به نسبت کم به مدت ۲ ساعت است، قبل و بعد از این زمان، پایداری گریس با آزمایش نفوذ اندازه‌گیری می‌شود و تغییر در نفوذ به‌عنوان پایداری برشی گریس ثبت می‌شود. روغن‌ریزی با اعمال فشار به نمونه گریس‌ها و جریانی که از آن عبور می‌کند، اندازه‌گیری می‌شود. دستگاه‌های فیزیکی مختلفی برای این منظور طراحی شده‌اند و آزمایش‌ها به‌طور معمول در محدوده دما انجام می‌شود. یاتاقان با گریس به‌طور کامل پر و اجازه داده می‌شود تا به دمای دلخواه برسد، با این کار گشتاور دمای پایین محاسبه می‌شود. هنگامی که به دمای دلخواه رسید، گشتاور مورد نیاز در ابتدای چرخش یاتاقان، به‌عنوان گشتاور راه‌اندازی ثبت می‌شود، در حالی که گشتاور مورد نیاز برای چرخش یاتاقان پس از ۶۰ دقیقه کار به‌عنوان گشتاور در حال اجرا ثبت می‌شود.

آزمایش (۴) توپ، دو نتیجه اصلی را ارائه می‌دهد: بار جوش و شکاف سایش. در این آزمون، یک توپ استیل ضد زنگ روی (۳) توپ دیگر در حضور گریس در معرض فشار و چرخش قرار می‌گیرد. این آزمون ادامه دارد تا زمانی که آنها به هم «جوش داده شوند» و یاتاقان، از بین رفته در نظر گرفته شود. پس از آزمایش، سایش شکاف‌ها روی توپ‌ها اندازه‌گیری می‌شود. سایش شکاف‌ها و بار اعمال شده که در آن بلبرینگ از کار می‌افتد، اطلاعات ضروری به ما می‌دهد.

تیمکن آزمون مشابهی است که در آن بار مورد نیاز برای پاره شدن لایه روان کننده یا جداکننده ظرف در حال چرخش و یا بلوک ثابت اندازه‌گیری می‌شود که این عوامل، منجر به ایجاد تشنج می‌شوند. اگرچه آزمایش‌های (۴) توپ گاهی به‌عنوان آزمون‌های روانکاری کافی در نظر گرفته می‌شوند، اما لغزش بیش از حد به‌منظور تقلید دقیق عملکرد واقعی برای بیشتر یاتاقان‌های غلتشی وجود دارد [۹]. همچنین گاهی اوقات آزمون (۴) توپ به‌عنوان آزمون‌های روانکاری کافی که بیش از حد شبیه به عملکرد و حرکت یاتاقان‌ها روی هم است، در نظر گرفته می‌شود. بنابراین، آزمایش‌هایی روی چنین مواردی انجام می‌شود و تجهیزاتی مانند R2F یا FE8 تمایل به ارائه نتایج واقعی‌تری دارند. این آزمون‌ها شامل بارگذاری چرخشی است، در این آزمون، در حالی که دما تحت کنترل است، یاتاقان‌ها در شرایط کاری خاص به مدت تقریباً ۲۰ روز افزایش دما، سایش غلتک‌ها و قفس مورد آزمون قرار می‌گیرند و در پایان اندازه‌گیری، براساس ارزیابی عملکرد گریس استفاده می‌شود. اگرچه استاندارد پایداری کار شده (ASTM D7342)، روشی را برای مخلوط کردن گریس و آب با استفاده از یک مخلوط‌کن آشپزخانه ارائه می‌کند اما محققان از روش‌های اصلاح شده و مناسب برای بهبود پتانسیل‌ها استفاده می‌کنند. لکنر [۲۶] و لارسون [۲۷]، از هم‌زن‌هایی با سرعت بالا برای مخلوط کردن آب و گریس و از سرعت پایین‌تر، به‌منظور حذف حباب‌ها استفاده کردند. آنها برای به‌دست آوردن مقاومت گریس، به مخلوط گریس و آب ۱۰۰۰ ضربه وارد کردند. زمانی که مخلوط آب و گریس بیشتر و با سرعت بالاتری هم‌زده شود، مخلوط همگنی تشکیل می‌شود.

با این حال، این فرآیند باعث برش بیشتر و در نتیجه آسیب بیشتر به ریز ساختار از طریق تخریب مکانیکی می‌شود [۴۹]. از آنجایی که هر چه کار برشی گریس بیشتر باشد، مقدار پایداری گریس کمتر خواهد بود، در نتیجه در طول آزمون، مقاومت گریس کاهش پیدا می‌کند. در بسیاری از آزمایش‌ها، خواص گریس را می‌توان با ویسکومتر ارزیابی کرد. شاید مهم‌ترین ارزیابی، نقطه جریان یا درصد تنش با استفاده از اندازه‌گیری‌های نوسانی باشد. به‌طور کلی، دو روش اصلی برای تعیین کمیت نوسان وجود دارد:

۱. نقطه متقاطع مدول ذخیره‌سازی و مدول از بین رفته؛
۲. شروع غیرخطی بودن در رابطه تنش-کشش برشی.

این دو روش به این نکته اشاره دارد که نتایج به‌دست آمده کمی متفاوت است؛ بنابراین، روند تنش متقاطع و درصد تنش می‌تواند کمی ناهمسان باشد. با این وجود، اینها مقادیر مهمی از گریس بوده و نشان‌دهنده پایداری گریس هستند. مقدار مهم دیگر در روانکاری، ضخامت لایه روان کننده است که به‌طور گسترده تابعی از ویسکوزیته است، اما پیش‌بینی گریس به دلیل ساختار پیچیده آن دشوارتر است؛ بنابراین، آزمایش‌ها را می‌توان با استفاده از دستگاه‌های تخصصی اندازه‌گیری ضخامت لایه انجام داد. این آزمون می‌تواند برای اندازه‌گیری لایه ضخیم یا نازک روغن، که هر دو در هنگام ارزیابی عملکرد گریس مهم هستند، تنظیم شود. در نهایت، بیشینه مقدار ظرفیت جذب گریس برای آب، خاصیتی است که توسط هیچ استانداردی تعیین نشده‌است.

اندازه‌گیری این خاصیت با درجه دقت بالا دشوار است، اما با مخلوط کردن مقدار زیادی آب با گریس تا زمانی که دیگر نتواند آب را جذب کند، انجام می‌شود. در این آزمون، آب آزاد خارج و غلظت آب مشخص می‌شود. چنین آزمایشی باید در تحقیقات آینده مورد بررسی قرار گیرد و روشی موثر برای تعیین مقدار آب مشخص شود.

نتایج آزمون

نمای کلی از نتایج آزمایش عمومی برای روش‌هایی که در بالا توضیح داده شد، در جدول (۳) آورده شده‌است. از آنجایی که تاثیرگذاری غلیظ کننده بسیار بیشتر از روغن پایه است، بنابراین، گریس‌ها براساس نوع غلیظ کننده مختصر آنها نامگذاری

می‌شوند؛ اگرچه تاثیرات افزودنی‌ها قابل توجه هستند اما آنها در نظر گرفته نمی‌شوند. انواع ضخیم کننده‌ها شامل: کلسیم[۴]، سولفونات کلسیم[۵]، کمپلکس لیتیوم[۶] و پلی اوره[۷] هستند.

جدول (۳): مقایسه بین گریس‌های خالص و آلوده شده با آب [۵، ۱۱ تا ۱۳، ۲۶ و ۲۷، ۳۵، ۳۸]

نظرات	نتایج	آزمون‌ها
اثرات برش مکانیکی در گزارش نتایج	بیشتر گریس‌ها نفوذ بالا درگریس را نشان می‌دهند که با افزودن CaS کاهش می‌یابد.	تغییر نفوذ با آب و پایداری برشی (پایداری برشی مرطوب)
به‌طور کلی، نتایج با اندازه‌گیری نفوذ ارتباط دارند.	روش‌های مختلفی حتی برای انواع گریس مشابه به‌دست آمده است.	درصد استرس / تغییر نقطه جریان
تاثیرات برش مکانیکی گزارش می‌شود.	بیشتر نتایج مشابه نتایج پایداری برشی مرطوب هستند.	پایداری رول مرطوب
به دلیل جذب آب، نمونه CaS در جرم افزایش یافته است.	همه نمونه‌ها با آب عملکرد نامناسبی دارند. با اضافه شدن CaS به‌طور معمول بهترین عملکرد را دارند.	شستشوی آب
با اضافه شدن آب CaS می‌تواند عملکرد بهتری داشته باشد.	نمونه‌ها با اضافه شدن آب عملکرد ضعیفی دارند اگرچه بعضی از آنها اندکی عملکرد بهتری دارند.	اسپری آب
آزمون، اطلاعاتی را در مورد کارایی ارائه نمی‌دهد.	نمونه‌ها بیشتر بدون تغییر، ظاهر می‌شوند.	مقاومت آب
نتایج آلوده شبیه هستند.	به‌طور کلی، افزودن آب ضخامت لایه مرکزی را کاهش می‌دهد.	ضخامت لایه (ضخیم)
لایه ضخیم به‌طور غیر مستقیم روانکاری خوب را نشان می‌دهد.	بسیاری از گریس‌ها به‌طور جزئی لایه‌هایی که دارای آب هستند را ضخیم‌تر نشان می‌دهند.	ضخامت لایه (نازک)
به نظر می‌رسد نتایج به شدت به روغن پایه بستگی دارد.	حداقل تغییرات با آب بعد از اضافه شدن CaS روغن‌ریزی کاهش می‌یابد.	روغن‌ریزی
عملکرد قابل توجه با مواد افزودنی	آب جذب شده ممکن است باعث خوردگی نشود. آب آزاد بیشتر باعث خوردگی می‌شود.	جلوگیری از خوردگی
در آزمون (۴) توپ نتایج به سرعت اعلام می‌شود ولی ممکن است دقیق نباشد.	در ماشین‌آلات، آزمون تیمکن استفاده کنید.	روانکاری
نتایج بد، به خصوص زمانی که آب آزاد وجود دارد.	بلبرینگ را به‌طور کامل با گریس پر می‌کنیم و اجازه می‌دهیم به دمای مطلوب برسد، سپس گشتاور را به مدت ۶۰ دقیقه چرخش انجام می‌دهد.	گشتاور دمای پایین
بدون آزمون استاندارد و مشکل برای یافتن نقطه اشباع دقیق.	مخلوط با نسبت مناسب آب و گریس برای بهره‌وری طولانی مدت و حذف آب آزاد.	جذب آب

به‌طور کلی، نتایج آزمایش نشان می‌دهد که گریس آلوده به آب عملکرد بدتری نسبت به مواد اولیه گریس دارد و تاثیرگذاری اضافه شدن آب، بیشتر از مواد اولیه است. گریس آلوده به آب، با کاهش ظرفیت بارگیری گریس [۱۳ و ۲۵ و ۳۱]، افزایش شکاف سایش و ناپایداری ضریب اصطکاک، روانکاری بدتری نشان می‌دهد [۲۵]. از آنجایی که روانکاری، توانایی گریس برای روانکاری را توصیف می‌کند، اثرات منفی باید به حداقل برسد.

برخی از استثنائات، کاهش عملکرد را نشان می‌دهند که شامل برخی گریس‌هایی است که لایه‌های ضخیم‌تری را با آب می‌پوشاند. CaS کاهش روغن‌ریزی و شستشوی کمتر با آب اضافه شده را نشان می‌دهد. همچنین تحقیقات نشان می‌دهد که لایه‌های ضخیم‌تر با آب اضافه شده، لزوماً نشان‌دهنده روانکاری بهتری نیست و به نظر می‌رسد [۲۶] که روانکاری با توجه به آزمایش‌های R2F بدتر بوده است؛ با این حال، CaS گریس‌ها، به دلیل رفتار منحصر به فرد خود بیشتر در محیط‌های مرطوب استفاده می‌شود؛ زیرا بهبود عملکرد (در آزمایش‌های خاص) با آب را نشان می‌دهد [۱۷].

این گریس‌ها با جذب مقادیر زیاد آب شناخته می‌شوند و بیشتر با اضافه شدن آب سفت‌تر می‌شوند. آزمونی که توسط حدگاد[۸] و همکاران انجام شده‌است، نشان می‌دهد وقتی که CaS با کمتر از ۲۰ درصد وزنی آب آلوده شود، ظرفیت باربری خود را از دست نمی‌دهد [۲۵].

با بررسی آزمون‌ها و نتایج، ممکن است به این نتیجه برسید که معنی‌دارترین آزمون‌ها شامل روانکاری، شستشوی آب، تغییر قوام و جلوگیری از خوردگی است. آزمون‌های دیگر، اطلاعات کمی در مورد عملکرد ارائه و یا به‌طور عمده با استفاده از موارد ذکر شده در بالا جمع می‌شوند. از آنجا که در نهایت، روانکاری خوب هدف گریس است، ممکن است آزمایش تغییر روانکاری ناشی از آب باشد که مهمترین عامل در توصیف اثرات آب بر روان کننده است. با این وجود، موارد دیگری به‌عنوان مثال، خواص تحت تاثیر آلودگی آب وجود دارد که باید در انتخاب گریس در نظر گرفته شود.

بحث

شست‌وشو، عمده دلیل نگرانی برای محیط‌های مرطوب به شمار می‌رود؛ بنابراین، مهم است در نظر بگیرید که چگونه گریس در آزمون استاندارد خود عملکرد بهتری داشته باشد.

عملکرد خوب شستشو و اسپری کردن با هم چسبندگی را تشکیل می‌دهند. بنابراین، از افزودنی‌ها برای افزایش جداگانه این موارد استفاده می‌شود [۳۴]. آزمون‌هایی که توسط ناگارکوتی و همکاران انجام شد، نشان داد که روغن پایه با ویسکوزیته بالاتر بدون در نظر گرفتن نوع گریس منجر به عملکرد شستشوی بهتر می‌شود [۵].

نکته مهم دیگر، افزودن یک پلیمر با وزن مولکولی بالا یا یک پلیمر رزین هیدروکربنی است. این پلیمرها به‌طور قابل توجه‌ای عملکرد شستشو را بهبود می‌بخشند. علاوه‌بر این، اعتقاد بر این است که عدد پایه کل، عملکرد شستشو و اسپری را برای CaS تعیین می‌کند. بنابراین، انتظار می‌رود افزایش عدد پایه کل منجر به عملکرد بهتر شستشو شود. از آنجایی که ویسکوزیته روغن پایه بر ضخامت

لایه تاثیر می‌گذارد، استفاده از ویسکوزیته مناسب مهم است.

برای متعادل کردن عملکرد شستشو با ضخامت لایه، می‌توان روغن پایه و پلیمر افزودنی‌ها را به‌منظور ایجاد تعادل ایده‌آل، تغییر داد. همچنین استفاده از روغن پایه با درجه بالاتر، موجب کاهش شستشو و مسدود شدن خطوط تامین می‌شود؛ بنابراین، یافتن تعادل مناسب مهم است. برای تولید گریس با خواص عالی و جلوگیری از خوردگی در کارخانجات لازم است که مقدار قابل توجهی از مواد افزودنی و بازدارنده خوردگی را شامل شود. با این حال، این مواد افزودنی، در بیشتر موارد تاثیر مخربی بر عملکرد روانکاری خواهد داشت.

نتیجه آزمون که توسط لکنر [۲۶] به‌دست آمد نشان داد که گریس LiC در آزمایش R2F بسیار چسبناک و غلیظ بود به طوری که در نهایت، تجهیز آزمایشگاهی از کار افتاد. در مثال دیگری که آب عملکرد را بهبود بخشید، لکنر، گریس کلسیم آلوده به آب را مشاهده کرد که منجر به کاهش قابل توجه سایش شد. با وجود این نتیجه، سایر جنبه‌های منفی آلودگی آب، احتمالا عملیات طولانی مدت یک راه اندازی عمدی آلودگی گریس را غیر عملی می‌کند.

اگرچه بررسی تغییر قوام گریس ناشی از آب ممکن است یکی از این موارد باشد اما ساده‌ترین راه ارزیابی کاهش عملکرد عمومی و مرتبط‌ترین آزمون، استاندارد پایداری رطوبت بوده که شامل اثرات برش مکانیکی است. در دیگر آزمایش‌های مورد بحث، فرآیند اختلاط آب با گریس به احتمال زیاد باعث ایجاد درجه قابل توجهی از تخریب مکانیکی گریس می‌شود که این امر، تا حدی در نتایج پایداری رول منعکس می‌شود و نشان‌دهنده تغییر کمتر در گریس آلوده به آب است. از آنجایی که خواص گریس به‌طور قابل توجهی در طول شروع برش تغییر می‌کند [۴۹] اما بسیاری از تغییرات نفوذ احتمالا به دلیل برش ناشی از فرآیند اختلاط است ونه به دلیل اختلاط آب.

به‌طور کلی، آزمون‌های زیادی قادر به ارزیابی مقاومت گریس در برابر آب هستند، اما انجام هر آزمایش برای هر فرمول گریس غیرعملی است. گریس باید برای موارد خاص استفاده و نتایج آزمایش مربوطه در برگه داده آن درج شود. به‌عنوان مثال، تجهیزاتی که در شرایط زیر انجماد کار می‌کنند با احتمال تشکیل شبکه یخ مواجه هستند. در این شرایط، افزایش شدید گشتاور راه‌اندازی و در حال اجرا، برای کار یاتاقان مورد نیاز است. با این حال، اگر گریس فقط برای استفاده در دماهای متوسط تا بالا در نظر گرفته شود، انجام چنین آزمایشی می‌تواند زائد باشد. به‌طور کلی، بیشتر آزمون‌ها نیاز به دسترسی به تجهیزات تخصصی و زمان قابل توجهی دارند؛ بنابراین، مطلوب است که آزمون‌های ساده‌تر و در دسترس‌تری داشته باشیم که قادر به ارائه نتایج معنی‌دار آن‌ها باشند.

توصیه‌های آینده

بسیاری از آزمایش‌های ارائه شده در این مقاله، ویژگی‌های مهمی از نمونه‌های گریس را ارائه می‌کند که توسط سازنده‌های گریس بررسی نشده‌است. منطقی است که بیشتر سازندگان، به‌طور گسترده اثرات آب را بر گریس‌های خود آزمایش نکنند زیرا استانداردهای کمی وجود دارد که به‌طور مستقیم آب را درگیر می‌کند. بنابراین، توصیه می‌شود که موارد زیر در آزمون‌های جدیدی که قادر به ارائه نتایج معنادار هستند، بررسی شود.

آزمون‌های توصیه شده

به غیر از استانداردهای مورد بحث، می‌توان آزمایش‌هایی را با استفاده از نمونه‌های آلوده و غیرآلوده انجام داد و سپس با مقایسه نتایج و با توجه به استفاده مورد نظر گریس، می‌توان استقامت گریس در برابر آب را به‌طور کمّی تعیین نمود.آزمون‌ها باید انتخاب و در برگه داده ثبت شود. آزمایش‌ها نشان می‌دهد که تغییرات گریس، بیشتر مربوط به ویژگی روغن پایه است و تغییر نفوذ ایجاد شده با آب ممکن است ساده‌ترین معیار معنی‌دار مقاومت در برابر آب باشد.

استاندارد «پایداری رطوبت» شامل پایداری مکانیکی گریس می‌شود. از این رو، توصیه می‌شود که یک نمونه اولیه و یک نمونه آلوده به آب به همان میزان برش داده شود و پایداری رطوبت اندازه‌گیری و تأثیر پایداری مکانیکی در نظر گرفته شود. بنابراین، فرآیندی که برای مخلوط کردن آب با گریس استفاده می‌شود، باید روی یک گریس دست نخورده انجام شود تا مشابه آن ایجاد شود.

میزان آسیب ریزساختاری ناشی از برش، جدای از آن در نظر گرفته شود. از فرآیند اختلاط، به ویژه در صنعت خودرو استفاده می‌شود.

توصیه می‌شود که آزمایش‌های توسعه یافته جدید، از نظر کاربرد، بررسی و به‌طور بالقوه استاندارد شوند. چنین آزمایش‌هایی ممکن است ویژگی‌هایی مانند: انحلال‌پذیری، نقطه اشباع و جذب آب، پتانسیل، تسهیلات جذب آب و عمق نفوذ آب را بررسی کنند. در آزمون انحلال‌پذیری بررسی می‌شود که چقدر راحت می‌توان آب را از چربی پاک کرد. همچنین می‌توان تأثیر نوع گریس، غلظت آب درون گریس، روش حذف (قرار گرفتن در معرض هوا، حذف با برش، اثرات مواد شیمیایی واکنش‌ها) و سایر متغیرها را در نظر گرفت. نقطه اشباع آب را می‌توان از طریق تجزیه و تحلیل شیمیایی و یا با بازرسی چشمی از زمان شروع امولسیون در حین هم‌زدن پیدا کرد [۱۱]. پتانسیل جذب آب را می‌توان از طریق روشی مشابه با روش سیریاک[۹] و یا با اصلاح روش استفاده شده توسط لارسون [۲۷] و همکاران پیدا کرد.

تسهیلات جذب آب را می‌توان با بررسی پیدا کرد. بررسی و شناخت ماهیت و غلظت اجزای فعال سطحی گریس از طریق بررسی ماهیت آبدوست یا شاید با کمی کردن مقدار آب جذب شده بدون برش به‌دست آورد. در نهایت، عمق نفوذ آب را می‌توان با بررسی عمقی که آب ممکن است به داخل یک صفحه چربی نفوذ کند، کشف کرد. روشی ممکن که براساس کار دیتس و همکارانش توسعه یافت [۱۴].

تحقیقات تکمیلی

در مورد مقاومت گریس در برابر آب، بخش‌های مختلفی وجود دارد که تحقیقات بیشتری را می‌طلبد. به غیر از توسعه آزمایش‌های جدید برای تعیین کمیت مناسب تغییرات ناشی از آب، باید در مورد برهم‌کنش گریس و آب بررسی‌هایی انجام شود. آب داخل گریس بسیار برای سیستم حمل‌ونقل حائز اهمیت

است و باید بررسی شود. تحقیقات بیشتر در مورد اجزای انتشار آهسته و سریع آب درون گریس ممکن است به «عمق نفوذ آب» در یک مقیاس زمانی معین مرتبط باشد [۲۷]. همچنین این تحقیق ممکن است به سمت اندازه‌گیری معکوس یا «عمق خشک شدن آب» در یک مقیاس زمانی معین منجر شود.

بررسی ترکیب لایه خشک و مرطوب مقدار محلول و انحلال‌پذیری آن و یا اینکه روغن چگونه است، می‌تواند جزئیاتی در مورد ماهیت روانکاری گریس ارائه دهد که می‌توان از آن برای بهبود عملکرد گریس در محیط مرطوب استفاده نمود.

به جای اصلاح آزمون‌های موجود و یا توسعه آزمون‌های جدید، گزینه دیگر، بهبود و جمع‌آوری داده‌ها است. روش آزمونی به پیچیدگی خوردگی می‌تواند برای مقایسه کمی دشوار باشد و نتایج براساس بازرسی چشمی گزارش می‌شود.

از آنجائی که آزمون امکور[۱۰] به دلیل استفاده از سیستم درجه‌بندی دارای تکرارپذیری ضعیفی است، روش موثرتری برای تعیین کمیت خوردگی توسط گالری پیشنهاد شد [۵۰].

این امر، نمونه‌ای از چگونگی تحقیقات اضافی است که می‌تواند به بهبود نتایج آزمایش، بدون انجام هیچ تغییری در روش آزمایش منجر شود. هدف اصلی گریس، ایجاد یک لایه به اندازه کافی ضخیم با روانکاری بالا برای جداسازی قطعات متحرک در طیف گسترده‌ای از شرایط عملیاتی است.

حتی اگر یک لایه ضخیم وجود داشته باشد، گریس اکسید یا آلوده می‌شود و منجر به ارائه روانکاری ضعیفی خواهد شد. آب درون گریس، حباب می‌شود؛ بنابراین، روانکاری کلی آن تغییر می‌کند که باید هنگام ارزیابی مقاومت گریس در برابر آب، این امر در نظر گرفته شود. از آنجایی که اندازه‌گیری واقعی روانکاری بسیار دشوار و همبستگی‌های کمّی بین روانکاری بسیار زمان‌بر است؛ بنابراین، باید خواص اساسی‌تر مانند قوام، چسبندگی و ضخامت لایه مشخص شود.

به‌طور کلی، معیارهای مقاومت در برابر آب باید بهبود یابد. به‌طور تقریبی، هر نوع گریس دارای برخی از فرمولاسیون‌ها به‌عنوان مقاوم در برابر آب است که به بازار عرضه می‌شوند، اما این امر در بیشتر مواقع بدون ارائه مقدار کمّی انجام می‌شود. با این حال، ادعا می‌شود که گریس‌های کمپلکس آلومینیومی بسیار مقاوم در برابر آب هستند [۵۱]. نتایج تجربی به‌دست آمده توسط اُسیر[۱۱] و هرمان[۱۲] نشان می‌دهد که اینطور نیست [۱۲]. در واقع، این آزمایش‌ها نشان داد که دو گریس کمپلکس آلومینیومی عملکرد ضعیفی در شستشو دارند.

پایداری مکانیکی گریس در حضور آب کم و مقاومت در برابر خوردگی ضعیف است. تحقیقات تکمیلی در مورد ارتباط بین خاصیت مقاومت در برابر آب و عملکرد آنها در ماشین، به عملکرد شناسایی ویژگی‌های مربوط به یک برنامه خاص کمک می‌کند. بعد از این شناسایی، آزمون‌های مناسب برای توصیف عملکرد مرطوب را می‌توان روی یک گریس خاص انجام و به مصرف کنندگان ارائه داد تا به‌طور قابل قبولی، گریس را مقاوم در برابر آب توصیف کند.

نتیجه‌گیری

اطلاعات کافی در مورد قابلیت‌های گریس‌ها در محیط‌های مرطوب در دسترس کاربران نیست. از آنجایی که آب بر بسیاری از خواص مختلف گریس تأثیر می‌گذارد، توصیف کلی آب دشوار است.

به‌طور خلاصه، مقاومت یک گریس در خواص مرتبط و متعدد به آزمایش‌های مربوطه برای ارزیابی آنها شناسایی شده‌است. آزمایش‌های توصیه شده جدید شامل میزان انحلال‌پذیری در آب، نقطه اشباع، پتانسیل جذب آب، تسهیلات جذب آب و عمق نفوذ آب است. علاوه‌بر این، آزمون‌هایی وجود دارد که بین گریس همراه با آب و گریس بدون آب مقایسه انجام می‌دهند. عملکرد گریس بستگی به نوع آلاینده دارد و هر نوع آلایندگی تاثیر خاص خود را در عملکرد گریس خواهد گذاشت.

تحقیق در مورد برهم‌کنش مکانیکی گریس-آب، به ویژه در مورد انتقال آب در داخل گریس، احتمالاً اطلاعات ارزشمندی در مورد چگونگی تاثیر آب بر عملکرد روانکارها در اختیار ما قرار می‌دهد. علاوه‌بر این، درک چگونگی تاثیر آب بر عملکرد گریس مهم است. بررسی چگونگی تأثیر آب بر تخریب مکانیکی و شیمیایی گریس می‌تواند مدلی موثر برای پیش‌بینی عمر گریس در محیط‌های مرطوب ارائه کند. برخلاف آزمون‌های استاندارد موجود، افرادی که تأثیر آب بر تخریب مکانیکی را بررسی می‌کنند باید این را در نظر بگیرند که برای امولسیون کردن آب، به درجاتی از برش مکانیکی نیاز است که احتمالاً باعث ایجاد آسیب ساختاری قابل توجهی می‌شود.

هنگامی که مقاومت گریس در برابر آب در نظر گرفته می‌شود، خواص زیادی وجود دارد که مقایسه می‌شوند و هیچ تعریف واحدی وجود ندارد که تعیین کند کدام گریس در همه کاربردها در برابر آب مقاوم‌تر است. در واقع با فرمولاسیون گریس برای عملکرد خوب در برخی از آزمون‌ها، احتمالا در برخی دیگر، عملکرد بدتری خواهد داشت. بنابراین، مهم است که بدانیم یک دستگاه چگونه روغن‌کاری می‌شود تا کاربر بتواند مناسب‌ترین ویژگی‌های گریس مقاوم در برابر آب را شناسایی و به دنبال آن گریسی را انتخاب کند که تعادل مناسبی از خواص داشته باشد. به‌طور خلاصه، یک گریس مقاوم در برابر آب، نوعی گریس با ترکیب مناسبی از خواص است که به بهترین وجه، مناسب محیط‌های مرطوب است.

پی‌نوشت

۱. کارشناسی ارشد معدنی پژوهشگاه شیمی و مهندسی شیمی ایران، شرکت همکار استاندارد پارس لیان اروند

2. Rolling Bearing
3. cyriac
4. Calcium (Ca)
5. Calcium Sulphonate (CaS)
6. lithium complex (LiX)
7. Polyurea (PUA)
8. Hudedagadd
9. Cyriac
10. EMCOR
11. Authier
12. Herman

مراجع

[1] Fitch, J. HowWater Causes Bearing Failure. In Machinery Lubrication Magazine; Noria Corporation: Tulsa, OK, USA, 2008.

[2] Duncanson, M. Detecting and ControllingWater in Oil. In Machinery Lubrication Magazine; Noria Corporation: Tulsa, OK, USA, 2005.

[3] Cantley, R.E. The Effect ofWater in LubricatingOil on Bearing Fatigue Life. ASLE Trans. 1977, 20, 244–248. [CrossRef]

[4] Sedelmeier, G. ManagingWater Contamination to Maintain E_ective Steel Mill Lubrication. In Machinery Lubrication Magazine; Noria Corporation: Tulsa, OK, USA, 2008.

[5] Nagarkoti, B.; Johnson, B.; Shah, R.Water Washout Remedies. NLGI Spokesm. 2020, 84, 75–83.

[6] Faci, H.; Haspert, J. E_ect of Water on Grease Performance and Lubrication for Life in Sealed Bearings. NLGI Spokesm. 2014, 77, 8–15.

[7] Hink, R. Best Lubrication Practices for the Paper Industry. InMachinery LubricationMagazine; Noria Corporation: Tulsa, OK, USA, 2005.

[8] Kaperick, J.; Aguilar, G.; Lennon, M. "Rust Never Sleeps" An Investigation of Corrosion in Lubricating Grease. NLGI Spokesm. 2016, 79, 8–15.

[9] Lugt, P. Modern advancements in lubricating grease technology. Tribol. Int. 2016, 97, 467–477. [CrossRef]

[10] NSK. Roll Neck Bearing Manual; NSK: Shinagawa City, Tokyo, Japan, 2015.

[11] Cyriac, F.; Lugt, P.M.; Bosman, R. Impact of Water on the Rheology of Lubricating Greases. Tribol. Trans. 2016, 59, 679–689. [CrossRef]

[12] Authier, D.; Herman, A. Calcium Sulfonate Carbonate Greases: ASolution toWater Resistance. In Proceedings of the 25th Annual Elgi Meeting, Amsterdam, The Netherlands, 20–23 April 2013.

[13] Mistry, A. Performance of Lubricating Greases in the Presence of Water. NLGI Spokesm. 2005, 68, 9–15.

[14] Dittes, N.; Marklund, P.; Pettersson, A. Mixing Grease withWater. In Proceedings of the European Conference on Improvement in Bearing Technology, Nieuwegein, The Netherlands, February 23–24 2015.

[15] DIN 51907-1. Testing of Lubricants—Test of the Behaviour of Lubricating Greases in the Presence of Water—Part 1: Static Test; Deutsches Institut Fur Normung: Berlin, Germany, 2020.

[16] ASTM D7342-15. Standard Test Method for Prolonged Worked Stability of Lubricating Grease in Presence of

Water (Water Stability Test); ASTM International: West Conshohocken, PA, USA, 2015.

[17] ASTM D8022-15. Standard Test Method for Roll Stability of Lubricating Grease in Presence of Water (Wet Roll Stability Test); ASTM International: West Conshohocken, PA, USA, 2015.

[18] ASTM D1264-18e1. Standard Test Method for Determining the Water Washout Characteristics of Lubricating Greases; ASTM International: West Conshohocken, PA, USA, 2018.

[19] ASTM D4049-16. Standard Test Method for Determining the Resistance of Lubricating Grease to Water Spray; ASTM International: West Conshohocken, PA, USA, 2016.

[20] ASTM D1743-13. Standard Test Method for Determining Corrosion Preventive Properties of Lubricating Greases; ASTM International: West Conshohocken, PA, USA, 2018.

[21] ASTM D6138-19. Standard Test Method for Determination of Corrosion-Preventive Properties of Lubricating Greases Under Dynamic Wet Conditions (Emcor Test); ASTM International: West Conshohocken, PA, USA, 2019.

[22] ASTM D5969-11. Standard Test Method for Corrosion-Preventive Properties of Lubricating Greases in Presence of Dilute Synthetic Sea Water Environments; ASTM International: West Conshohocken, PA, USA, 2016.

[23] ASTM D7038-19. Standard Test Method for Evaluation of Moisture Corrosion Resistance of Automotive Gear Lubricants; ASTM International: West Conshohocken, PA, USA, 2019.

[24] ASTM D4048-19a. Standard Test Method for Detection of Copper Corrosion from Lubricating Grease; ASTM International: West Conshohocken, PA, USA, 2019.

[25] Hudedagaddi, C.; Raghav, A.; Tortora, A.; Veeregowda, D. Water molecules influence the lubricity of greases and fuel. Wear 2017, 376–377, 831–835. [CrossRef] Lubricants 2020, 8, 86 12 of 12

[26] Leckner, J. Water + Grease = Fatal Attraction? In Proceedings of the 25th ELGI Annual General Meeting,

Amsterdam, The Netherlands, 20–23 April 2013.

[27] Larsson, J.; Ardai, R. The Effect of Water Ingress on the Thickener Structure in Bio-Based Greases.

NLGI Spokesm. 2018, 81, 6–18.

[28] Eachus, A.C. The trouble with water. Lubr. Eng. 2005, 61, 34–38.

[29] Noria Corporation. Water in Oil Contamination. In Machinery Lubrication Magazine; Noria Corporation: Tulsa, OK, USA, 2001.

[30] FAG Kugelfischer Georg Schäfer, A.G. Rolling Bearing Lubrication; Publ. No. WL 81 115/4 EA; FAG Kugelfischer Georg Schäfer AG: Schweinfurt, Germany, 2002.

[31] Ducom Instruments. The Effect of Water Molecules on Lubricity of Greases and Fuel; AZoM: Mona Vale, Australia, 2017.

[32] Schatzberg, P.; Felsen, I. Effects of water and oxygen during rolling contact lubrication. Wear 1968, 12,331–342. [CrossRef]

[33] Echin, A.I.; Novosartov, T.; Kondrat'eva, T. Effect of Water on Lubricating Properties of Synthetic Oils.Chem. Technol. Fuels Oils 1983, 19, 80–83. [CrossRef]

[34] Fish, G. Calcium Sulfonate Greases: Performance and Application Overview; Lubrisense White Paper #16; The Lubrizol Corporation: Wickliffe, OH, USA, 2014.

[35] Cyriac, F.; Lugt, P.; Bosman, R. The Impact of Water on the Yield Stress and Startup Torque of Lubricating

Greases. Tribol. Trans. 2017, 60, 824–831. [CrossRef]

[36] Axel Christiernsson. H2O, Friend or Foe? Lubrisense White Paper #8; Axel Christiernsson: Nol, Sweden, 2008.

[37] Nagarkoti, B. Water resistance property of greases—An outlook. In Proceedings of the NLGI-India 12th Lubricating Grease Conference, Panaji, India, 28–30 January 2010.

[38] Cyriac, F.; Lugt, P.; Bosman, R.; Venner, C. Impact of Water on EHL Film Thickness of Lubricating. Tribol. Lett. 2016, 61, 23. [CrossRef]

[39] Bosman, R.; Lugt, P.M. The Microstructure of Calcium Sulfonate Complex Lubricating Grease and Its Change in the Presence of Water. Tribol. Trans. 2018, 61, 842–849. [CrossRef]

[40] Zhou, Y.; Bosman, R.; Lugt, P. On the Shear Stability of Dry and Water-Contaminated Calcium Sulfonate Complex Lubricating Greases. Tribol. Trans. 2019, 62, 626–634. [CrossRef]

[41] ASTM D217-19b. Standard Test Methods for Cone Penetration of Lubricating Grease; ASTM International: West Conshohocken, PA, USA, 2019.

[42] ASTM D1831-19a. Standard Test Method for Roll Stability of Lubricating Grease; ASTM International: West Conshohocken, PA, USA, 2019.

[43] ASTM D6184-17. Standard Test Method for Oil Separation from Lubricating Grease (Conical Sieve Method); ASTM International: West Conshohocken, PA, USA, 2017.

[44] ASTM D1478-20. Standard Test Method for Low-Temperature Torque of Ball Bearing Grease; ASTM International: West Conshohocken, PA, USA, 2020.

[45] ASTM D2783-19. Standard Test Method for Measurement of Extreme-Pressure Properties of Lubricating Fluids (Four-Ball Method); ASTM International: West Conshohocken, PA, USA, 2019.

[46] ASTM D2509-20. Standard Test Method for Measurement of Load-Carrying Capacity of Lubricating Grease (Timken Method); ASTM International: West Conshohocken, PA, USA, 2020.

[47] Lugt, P. Grease Qualification Testing. In Grease Lubrication in Rolling Bearings; Wiley: Hoboken, NJ, USA, 2013; pp. 339–375.

[48] Cyriac, F.; Lugt, P.; Bosman, R. On a New Method to Determine the Yield Stress in Lubricating Grease. Tribol. Trans. 2015, 58, 1021–1030. [CrossRef]

[49] Gurt, A.; Khonsari, M. The Use of Entropy in Modeling the Mechanical Degradation of Grease. Lubricants 2019, 7, 82. [CrossRef]

[50] Galary, J. Bearing Corrosion Analysis Using Machine Vision and Computational Algorithms. NLGI Spokesm. 2018, 82, 16–29.

[51] The Timken Company. Timken Tapered Roller Bearing Catalog; The Timken Company: North Canton, OH, USA, 2016.An overview of grease water resistance

نویسندگان
دکتر علیرضا قاسم‌پور[1*]
امیررضا شریف[2]
*a-ghassempour@sbu.ac.ir

طیف‌سنجی جرمی زمان پرواز

چکیده

در سال‌های اخیر، روش‌های ماتریکس کمک کننده به لیزر برای واجذب / یونیزاسیون - زمان پرواز - طیف‌سنجی جرمی[3] و الکترواسپری - زمان پرواز طیف‌سنجی جرمی[4] بسیار کاربرد یافته است به طوری که در کشورهای مختلف، هر روزه چندین هزار نوع از این دستگاه‌ها برای آنالیزهای عنصری و مولکولی از سطح محیط‌زیست تا بیمارستان‌ها و صنایع مختلف، از ماهواره‌ها تا تشخیص هر ماده سمی و بسیاری موارد دیگر به شدت در حال استفاده هستند. قلب این دستگاه‌ها، سامانه جداکننده جرم زمان پرواز است که نمونه‌های یون شده (با روش‌های MALDI، ESI و یا روش‌های دیگر) در این سامانه جداکننده جرمی به پرواز در آمده و براساس زمان پرواز هر یون در درون سامانه زمان پرواز (که بستگی به جرم‌شان دارد) تعیین جرم می‌شوند. در این گزارش به‌صورت خلاصه به تئوری سامانه[5] و انواع مختلف، به همراه مزایا و معایب آن، کاربرد این روش در آنالیز مواد بویژه ماکرو مولکول‌ها (سنتزی تا زیستی) اشاره می‌شود.

واژه‌های کلیدی
طیف‌سنجی جرمی، آنالیز مولکول زیستی
MALDI-TOF MS، ESI-TOF MS.

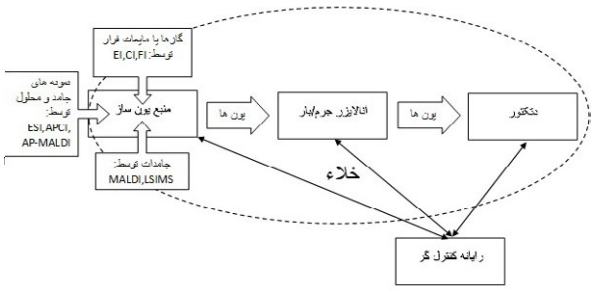
مقدمه

از دیرزمان، یافتن یک ویژگی از یک ماده که بتوان براساس آن ویژگی، آن را شناخت و مقدار آن را تشخیص داد یکی از اهداف علم بوده است. جرم، یکی از این ویژگی‌های منحصر به فرد است که عناصر و مواد مختلف را می‌تواند براساس آن شناسایی و مقدارشان را براساس مقدار جرم موجود دیده شده، تعیین نمود. اساس سامانه‌های طیف‌سنجی جرمی بر همین مبنا است. در این سامانه‌ها، مواد مورد نظر (از عناصر تا ماکرومولکول‌ها) خودشان و یا قسمتی از آنها تعیین جرم می‌شوند و هر قدر این تعیین جرم دقیق‌تر باشد، شناسایی درست‌تر صورت می‌گیرد. امروزه این امر سبب گردش مالی چند میلیاردی تنها در حوزه توسعه و تولید این سامانه‌ها شده‌است. توسعه صورت گرفته علاوه‌بر حوزه دستگاهی، در حوزه‌های نرم‌افزاری برای تفسیر داده‌های به‌دست آمده و طبقه‌بندی و ایجاد کتابخانه‌های مختلف بوده است.

مبانی علمی

دستگاه طیف‌سنجی جرمی، قوی‌ترین دستگاه آنالیز کیفی و کمّی برای بیشتر مواد در دنیای امروز است. نمونه‌های گازی، مایع و جامد می‌توانند در غلظت‌های مختلف با این دستگاه شناسایی و تعیین مقدار شوند. در این روش، نمونه باید ابتدا یونیزه[۶] و سپس با شتاب و با اعمال ولتاژ، به قسمتی که جداکننده جرم[۷] این یون‌ها است، وارد شود و به آشکارساز[۸] برخورد کند (شکل (۱)).کل این سامانه با استفاده از یک رایانه کنترل می‌شود. در سال‌های اخیر، بیشترین تغییر و تحول در دستگاه‌های طیف‌سنجی جرمی در قسمت جداکننده جرمی است.

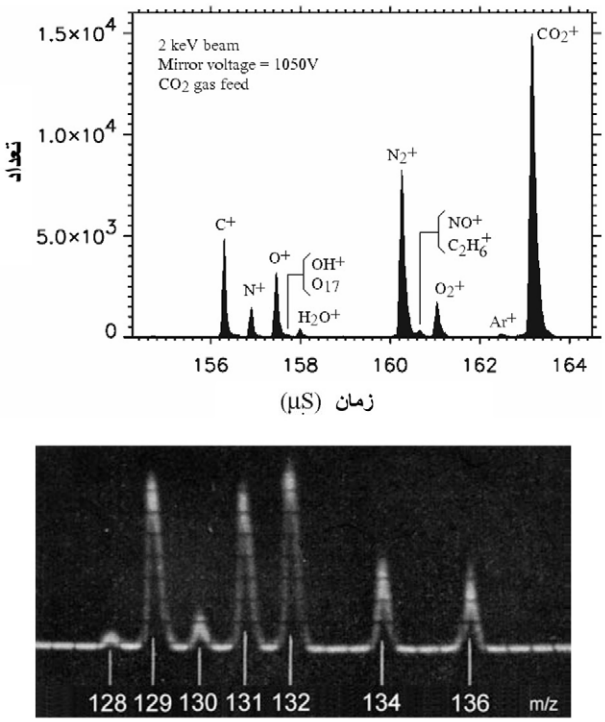
در مدل‌های قدیمی، همه قسمت‌های دستگاه اسپکترومتر جرمی از قسمت یونیزاسیون تا قسمت جداکننده جرمی و آشکارساز در محیط خلاء قرار داشت اما در سامانه‌های جدیدتر، منبع یون‌ساز[۹] در شرایط اتمسفری، نمونه را یونیزه کرده و سپس این یون‌ها، وارد سامانه طیف‌سنجی جرمی می‌شوند. این امر سبب شده که آنالیز مواد سریع‌تر و دقیق‌تر در شرایطی که در آن است صورت گیرد، فرض کنید بتوان یک برگ را به‌طور مستقیم در مقابل عامل یون‌ساز قرار داد و بعد یون‌های برخواسته شده از سطح برگ را به داخل دستگاه اسپکترومتر جرمی هدایت کرد و جرم‌شان (و براساس آن، شناسایی و تعیین مقدارشان) را تشخیص داد.



شکل (۱): نمایی از دستگاه طیف‌سنجی جرمی [۱].

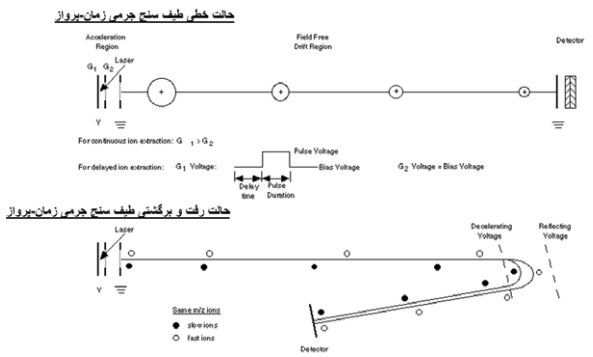
امروزه سامانه‌های آنالیز جرم یون شده زمان پرواز (TOF) که براساس اندازه‌گیری «مدت زمان پرواز یون‌ها» عمل می‌کند و در سال‌های اولیه توسعه طیف‌سنجی جرمی مطرح بوده‌اند، دوباره مطرح شده و کاربردهای فراوانی را برای سلامت انسان‌ها و پیشرفت علوم مختلف ایجاد کرده است که با کمک دیگر دستگاه‌های جداکننده جرمی این امر ممکن نبود. زمان پرواز هر یون، بستگی به جرم آن دارد. یون‌های سبک‌تر، سریع‌تر و یون‌های سنگین‌تر، کندتر یک مسیر ثابت را طی می‌کنند. این سامانه در سال‌های اولیه توسعه طیف‌سنجی جرمی (بیش از ۵۰ سال پیش) به‌عنوان سامانه جداکننده یونی ساخته شد اما به دلیل سرعت کم «دریافت داده‌ها» توسط آشکارسازهای متداول آن زمان، یون برخورد کرده به سطح آشکارساز، می‌توانست با رسیدن یک یون دوم (به‌ویژه برای ایزوتوپ‌های یک ترکیب) همراه باشد و در نتیجه، مخلوط شدن سیگنال‌های این دو یون رخ می‌داد. از سوی دیگر، سامانه‌های TOF به دلیل اینکه باید مسیر حرکت یون را داشته باشند، بسیار بزرگ بودند. بنابراین، TOF به آرامی از دایره سامانه‌های جداکننده دستگاه‌های طیف‌سنجی جرمی سریع نظیر تشدید سیکلوترون یون تبدیل فوریه[۱۰] و آنالیزگر جرم تله یونی[۱۱]، سامانه‌های قابل حمل و یا برای اندازه‌گیری‌های کمّی نمونه‌هایی نظیر چهار قطبی سه گانه (QQQ)[۱۲] کنار گذاشته شد.

در سال‌های اخیر، سامانه آشکارساز و داده‌گیری دستگاه‌های طیف‌سنجی جرمی توسعه یافته و سامانه‌های آشکارساز سریع‌تر ساخته شده و در دستگاه TOF جانشین شدند. در شکل (۲) نمونه‌گیری یک سامانه TOF در سال ۱۹۵۹ نشان داده شده‌است. در این شکل که خروجی یک دستگاه قدیمی طیف‌سنجی جرمی را نشان می‌دهد، یون‌ها براساس زمان رسیدن به آشکارساز (محور افقی) مشخص می‌شوند و در پایین شکل، هر جرم رسیده با یک پیک در دستگاه اسکوپ مشخص می‌شود. به دلیل این که سرعت ثبت داده‌ها دردسرساز نباشد، از حرکت قلم نوری بر صفحات حساس به نور در آن دستگاه‌ها استفاده می‌کردند. جرم‌ها، تنها به‌صورت اعداد درست قابل تشخیص بودند و امکان تعیین رقم‌های بعد اعشار جرم‌شان وجود نداشت و بیشتر از یک واحد جرمی برای قدرت تمایز بین جرم‌ها، مشاهده نمی‌شد (مقایسه کنید با سامانه‌های جدید که تا هفت رقم بعد اعشار یک جرم دیده شده را می‌توان تشخص داد). در سال‌های اخیر با آمدن آشکارسازهای یون با سرعت بالا و دیجیتالیزه کردن سیگنال این آشکارسازها با کیفیت بسیار خوب، شرکت‌های زیادی دوباره به تولید جداکننده‌های جرمی TOF برای دستگاه‌های طیف‌سنجی جرمی روی آوردند [۱ و ۲].



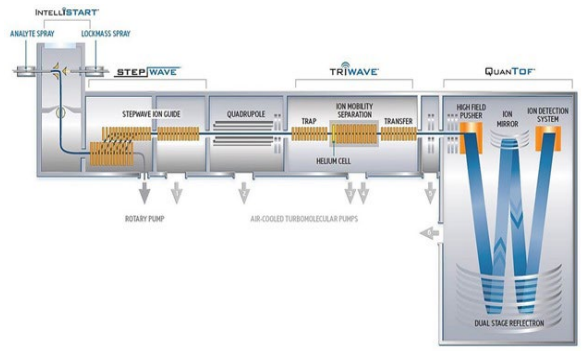
شکل (۲): آنالیز یون‌ها در سال ۱۹۵۹ با کمک دستگاه TOF [۲].

عامل یون‌ساز می‌تواند یک منبع لیزر باشد که انرژی خود را به ماده‌ای (ماتریکس) که دارای هیدروژن است، می‌دهد (برای یون‌های مثبت) و این هیدروژن، به‌صورت یون مثبت هیدروژن، روی مولکول هدف می‌نشیند و آن را تبدیل به یون مثبت می‌کند[۱۳]. این عامل یون‌ساز MALDI به دستگاه TOF وصل بوده و یون‌های تشکیل شده در MALDI به سمت جداکننده جرمی TOF هدایت می‌شود. این امر، دستگاه MALDI-TOF MS را قادر می‌سازد که یون‌ها را به‌صورت پالسی از یون‌ساز MALDI وارد سامانه TOF کند. امروزه از عامل‌های دیگر یون‌ساز، به‌عنوان مثال، الکترواسپری[۱۴] نیز برای ایجاد یون و ورود آن به سامانه TOF استفاده می‌شود. در سامانه MALDI-TOF MS سطح مخلوط نمونه و ماتریکس، در معرض تابش لیزر قرار می‌گیرد. تابش نور لیزر به‌صورت پالسی است. اعمال ولتاژ به این سطح، سبب می‌شود که پدیده جدا شدن یون از فاز جامد رخ دهد. این یون براساس ولتاژ اعمالی بر سطح جامد، از سطح جدا شده و شتاب می‌گیرد و این شتاب و سرعت یون، بستگی کامل به جرم آن دارد. حال با ایجاد ارتباط میان سرعت به جرم برای جرم‌های مختلف (کالیبراسیون)، می‌توان هر جرم را با دقت بسیار بالا و براساس سرعت حرکت آن در فضای خالی از هوای سامانه TOF تشخیص داد (شکل (۳)).



شکل (۳): حالت‌های خطی و رفت و برگشتی TOF [۲].

هر قدر که مسیر حرکت یک یون طولانی‌تر باشد، تمایز میان جرم یون‌ها بیشتر می‌شود (نظیر مسابقه دویی که دوندگان، مسیر طولانی‌تری را طی می‌کنند و تمایز میان‌شان نیز می‌تواند بیشتر شود) لذا از مسیر خطی[۱۵] در دستگاه‌ها اولیه طیف‌سنجی جرمی TOF که یون از محل تولیدش به‌طور مستقیم به سمت آشکارساز می‌رفت به مسیرهای رفت و برگشت یون‌ها که به آن مدل V می‌گویند و همچنین به نام TOF/TOF شناخته می‌شود و حتی مسیر دو برابر شده یعنی یک رفت و برگشت و بعد یک رفت و برگشت دیگر و به‌صورت W که در شکل (۴) نشان داده شده‌است، دستگاه‌های جدید حرکت کردند. این امر سبب کوچک شدن دستگاه TOF بویژه برای جرم‌های سبک مواد مورد آنالیز شد. این امر، (استفاده از مسیرهای رفت و برگشتی V و W) کمک می‌کند که دستگاه طیف‌سنجی جرمی بسیار کوچک‌تر (نسبت به حالت خطی) ساخته شوند. باید توجه داشت که جرم‌های سنگین را نمی‌توان مدام رفت و برگشت داد و برای جرم‌های سنگین هنوز هم حالت خطی در دستگاه جداکننده جرمی TOF، بهترین حرکت در TOF است (حتی برای ویروس‌ها با چند میلیون دالتون جرم توانسته‌اند این جرم‌های سنگین را یونیزه کنند و در این سامانه‌های جداکننده جرمی خطی به حرکت در آورده و جرم‌شان را شناسایی کنند). در عمل، در دستگاه‌های طیف‌سنجی جرمی، نسبت جرم به بار دیده می‌شود (m/z) این بدین معنا است که اگر بار روی یک نمونه بیشتر باشد حرکات این یون با دو یا چند بار نسبت به یون دارای یک بار متفاوت است و باید در محاسبات جرم و تعیین روش کار با یون‌های یک ماده به آن توجه داشت. در سامانه‌های MALDI-TOF MS به‌طور عمومی، یک بار روی یک یون قرار می‌گیرد و روش جداکننده جرمی خطی و یا جداکننده رفت و برگشتی V استفاده می‌شود؛ اما در سامانه‌های ESI-TOF MS که چندین بار روی نمونه یون شده قرار می‌گیرد، تجمع یون‌ها در نواحی پایین جرمی بیشتر می‌شود بنابراین، از روش‌هایی که مسیر حرکت یون در آن طولانی‌تر است (نظیر V و یا W) استفاده می‌شود تا با طولانی‌تر کردن مسیر در جداکننده جرمی TOF، قدرت جداسازی جرم یون‌ها بیشتر شود.



شکل (۴): سامانه TOF به‌صورت W [۳].

مشکل عمده سامانه‌های جداکننده جرمی TOF، نیاز به کالیبراسیون پیوسته آنها برای مشخص کردن جرم هر ماده است. دما و شرایط محیطی بر زمان رسیدن یک یون به آشکارساز اثرگذار است لذا باید پیوسته این عامل برای زمان حرکت یون در جداکننده جرمی TOF مورد توجه قرار گیرد. همان‌طور که گفته شد، هر یون (q) به علت ولتاژی (U) که بر آن قرار می‌گیرد، دارای انرژی جنبشی خواهد بود (E_{el}) و به سمت لنزی که به او ولتاژ کشنده را فرستاده (اگر یون مثبت باشد با لنز منفی و اگر یون منفی باشد با ولتاژکشنده لنز مثبت حرکت صورت می‌گیرد، وسط لنز سوراخ است تا یون به لنز برخورد نکند و تنها به سمت آن شتاب گیرد و بعد از این وسط عبور نماید) شروع به حرکت خواهد کرد. این یون می‌تواند یک بار یونی (e) و یا چند بار (Z) داشته باشد.

بنابراین، رابطه (۱) را به‌صورت زیر می‌توان نوشت:

رابطه (۱)

$$E_{el} = qU = ezU$$

این همان انرژی است که یون را به حرکت و جنبش مجبور می‌کند که به آن، انرژی جنبشی (E_{kin}) گفته می‌شود. این انرژی، حاصل همان انرژی است که ولتاژ اعمالی روی نمونه، سبب آن شده پس با هم برابر هستند.

رابطه (۲)

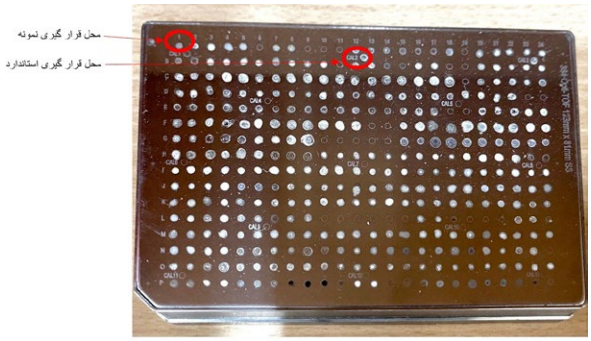
$$Eel = ezU = \frac{1}{2} m_i v^2 = E_{kin}$$

در این صورت، اگر هر حرکتی، حاصل ضرب زمان در سرعت، مسافت طی شده فرض‌شود و به جای سرعت در رابطه (۲)، معادل آن یعنی مسافت طی شده (s) روی زمان (t) قرار داده شود به معادله (۳) می‌رسیم:

رابطه (۳)

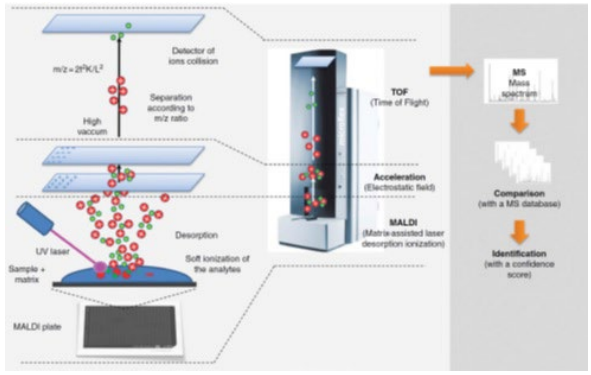
$$\frac{m_i}{z} = \frac{2eUt^2}{s^2}$$

بنابراین، تعیین جرم به بار هر یون که دستگاه آن را می‌بینند (دستگاه تنها جرم‌هایی که یون شده باشند چه یک یون و یا چند بار یونی روی یک ماده را می‌بینند) بستگی به توان دوم زمان عبور آن جرم از لوله TOF که دارای طول (s) است، دارد. از این رو، باید زمان را به‌طور دقیق اندازه‌گیری نمود. به دلیل این که دمای آزمایشگاه و عوامل الکترونیکی و همچنین دیگر عوامل دستگاهی در طول روز تغییر می‌کند، لذا سرعت حرکت هر یون نیز همواره در داخل لوله TOF ثابت نیست؛ بنابراین، به‌صورت متداول باید پیوسته و حدالامکان در زمان‌های کم و با جرم‌هایی نزدیک به جرم نمونه مورد آنالیز، دستگاه جداکننده جرمی TOF برای مشخص شدن دقیق جرم‌های دیده شده، کالیبره شود. برای کالیبراسیون در سامانه‌های MALDI-TOF MS، یک ماده استاندارد که جرم آن را می‌دانیم را در چاهک مشخصی از پلیت که نمونه موردنظر هم در چاهک دیگر آن است گذاشته و در ابتدا آنالیز می‌شود، یعنی زمان مربوط به هر جرم ابتدا برای نمونه استاندارد مشخص می‌شود (این کار به‌صورت متداول انجام می‌شود) و بعد آن را برای نمونه دیگر تعمیم داده تا جرم نمونه مورد نظر مشخص شود (این کار با نرم‌افزار رایانه صورت می‌گیرد) (شکل (۵)). در دستگاه‌های طیف‌سنج جرمی زمان پرواز یونیزاسیون الکترواسپری[۱۶] از روش یون‌ساز الکترواسپری برای ساختن یون و ورود به سامانه آنالیزور جرمی TOF استفاده می‌شود که امکان اتصال به دستگاه کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا[۱۷] و یا کروماتوگرافی مایع با عملکرد فوق العاده[۱۸] را نیز دارد از فناوری لاکاسپری[۱۹] که به‌صورت متناوب، نمونه و استاندارد یون شده را وارد دستگاه TOF می‌کند، استفاده می‌شود تا اثرات عوامل جانبی در زمان عبور یون با استفاده از یک استاندارد مورد آنالیز در همان زمان که جرم آن مشخص است، برطرف شود [۴].



شکل (۵): پلیت مالدی تاف [].

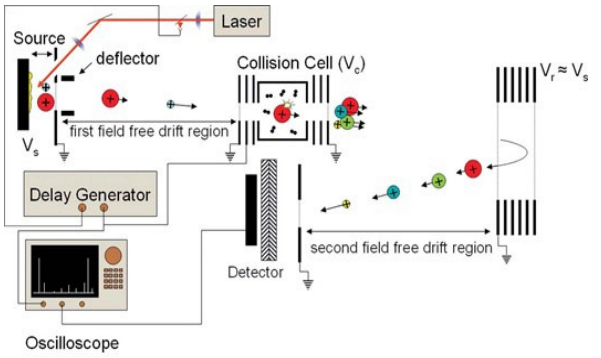
شکل (۶) فرم استاندارد، برای کار کردن با سامانه MALDI-TOF MS را نشان می‌دهد. این تصویر، نشان دهنده این است که چگونه یون‌های تشکیل شده در سامانه یون‌ساز MALDI برای جداسازی وارد سامانه TOF می‌شوند، از یکدیگر جدا شده و به آشکارساز برخورد می‌کنند. پیش از این، از نمونه‌هایی که مورد شناسایی قرار گرفته بودند، کتابخانه‌ای درست شده که داده‌های جرمی جدید به‌دست آمده با آن داده‌ها مقایسه و شناسایی می‌شوند. این دستگاه، حرکت خطی یون‌ها را در آنالیزور جرمی نشان می‌دهد که شرکت بروکر آن را به نام بیوتایپر[۲۰] برای آنالیز باکتری‌ها پیشنهاد می‌دهد.



شکل (۶): نمایی از دستگاه MALDI-TOF MS [۴].

بعدها با اضافه شدن سامانه‌های شکسته شدن[۲۱] به دستگاه TOF، امکان شکست یون‌ها و دیدن شکست‌های آنها نیز به وجود آمد؛ از این رو، کتابخانه‌هایی نیز براساس این روش (از بالا به پایین[۲۲]) برای مولکول‌های مختلف ساخته شد که مشخصه جرم مولکولی آن و شکست‌های حاصل از برخورد یون‌ها با گاز آرگون[۲۳] در کتابخانه موجود است (شکل (۷)). این روش، روش بسیار جدیدی است که برای شناسایی ماکرومولکول‌ها استفاده

می‌شود. با استفاده از این روش می‌توان علاوه بر تعیین ساختار اول، ساختار دوم و سایت‌های فعال ماکرومولکول‌ها را نیز تعیین نمود.



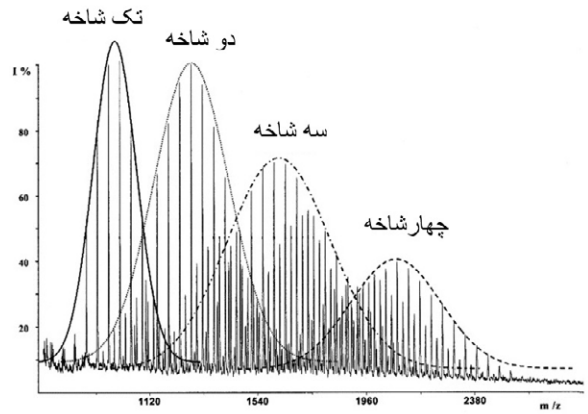
شکل (۷): نمایی از یک دستگاه TOF/TOF، دارای محل برخورد یون مادر [۴].

برای شناسایی ماکرومولکول‌ها، در ابتدا از سامانه شکسته شدن با استفاده از آنزیم‌ها، به‌ویژه آنزیم تریپسین برای پروتئین‌ها استفاده می‌شد (پایین به بالا[۲۴]). شکست آنزیمی مولکول سنگینی نظیر یک پروتئین، یک سری پپتید تکرارپذیر می‌دهد[۲۵] که کتابخانه بسیار خوبی از آن برای مواد مختلف از قبل تهیه شده‌است. اکنون نیز برای شناسایی هر ماده پروتئینی ابتدا از این روش استفاده می‌شود. در این روش، نمونه به‌طور مستقیم یا پس از برداشتن از سطح ژل الکتروفورز، در معرض آنزیم تریپسین قرار می‌گیرد. سپس، ساختار مولکولی باز و در دستگاه MALDI-TOF MS طیف جرمی این پپتیدها مشخص می‌شود. کتابخانه جمع شده در موتورهای جستجوگر معروف نظیر مسکات[۲۶] که توسط کشورهای مختلف و شرکت‌های گوناگون ساخته شده و در این موتور جستجو قرار گرفته‌اند، به خوبی می‌توانند ساختار را براساس این شکست‌ها، شناسایی کرده و توالی اسیدهای آمینه را در کل ساختار پیشنهاد دهند. در سایت مسکات شما می‌توانید ساختار پروتئینی ویروس کووید ۱۹[۲۷] را ببینید. امروزه گزارش‌های زیادی به چاپ رسیده است که به‌منظور شناسایی ویروس کووید ۱۹ و برای اینکه داده خطا نداشته باشد، باید از این روش به جای واکنش زنجیره‌ای پلیمراز رونویسی معکوس[۲۸] استفاده شود.

به دلیل اینکه در سامانه‌های MALDI-TOF MS از ماتریکس استفاده و جرم‌های ماتریکس نیز در طیف جرمی ظاهر می‌شود، لذا به‌طور معمول برای مطالعه جرم‌های بالاتر از ۱۰۰۰ دالتون از این دستگاه استفاده می‌شود. برای جرم‌های سنگین به لحاظ تئوری هیچ محدودیتی نیست (حتی آنالیز ویروس‌ها با چندین میلیون دالتون). بنابراین، اولین نگاه برای آنالیز با روش‌های دارنده MALDI-TOF MS و یا ESI-TOF MS، ماکرومولکول‌ها هستند. اگر چه برای جرم‌های پایین (<۱۰۰۰) نیز تمهیداتی برای آنالیز با این نوع طیف‌سنجی جرمی وجود دارد [۲ و ۴].

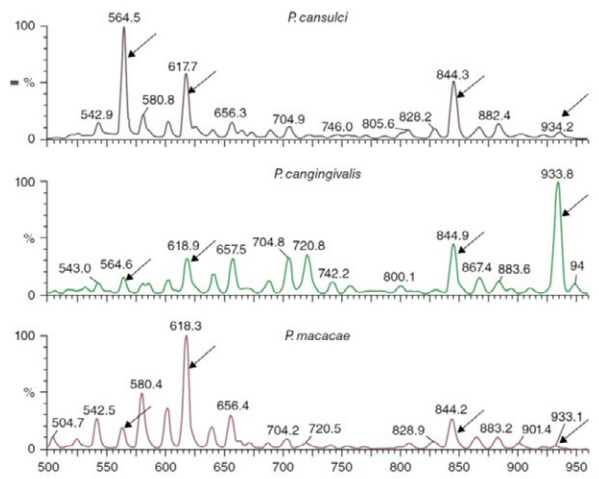
کاربردها

امروزه در صنایع مختلف از صنعت نفت تا صنعت غذایی، از صنایع پلیمری تا صنایع کشاورزی و بسته‌بندی، برای تعیین جرم مولکولی ماده مورد نظر و تعیین کیفیت ماده اولیه و محصول، از روش TOF به ویژه روش MALDI-TOF MS استفاده می‌شود (شکل (۸)). پیش از این، جرم ماکرومولکول‌ها، با استفاده از روش کروماتوگرافی نفوذ ژل[۲۹] که یک روش کروماتوگرافی اندازه طردی[۳۰] است، به‌صورت غیردقیق مشخص می‌شد، اما امروزه این کار با استفاده از روش TOF و با دقت بالا تا حد چند رقم بعد اعشار انجام می‌شود [۵].



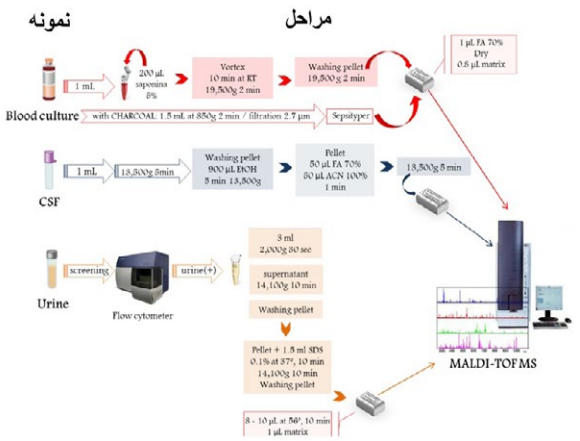
شکل (۸): تعیین جرم مولکولی پلیمرهای سنتزی با MALDI-TOF MS [۵].

این فناوری در حوزه زیست‌شناسی تحولی بزرگ ایجاد نموده و توانسته است از باکتری‌ها تا ویروس‌ها و قارچ‌ها را بشناسد. سازمان غذا و داروی آمریکا[۳۱] تائید کرده است که می‌توان با این روش، باکتری‌ها و قارچ‌ها را شناسایی کرد و براساس آن درمان انجام داد. برای این کار، باکتری‌ها را از محیط‌های طبیعی خود خارج کرده و بعد جداره آنها را با روش هر شرکت که کتابخانه جرمی آن را تهیه کرده است، آماده‌سازی می‌کنند (به‌عنوان مثال: از مخلوط اسید فرمیک، اتانول و استونیتریل استفاده می‌شود). نمونه روی پلیت دستگاه MALDI-TOF MS آن شرکت قرار گرفته و طیف جرمی آن به‌دست می‌آید. این کار موجب شده‌است تا بتوان بین جرم پروتئین‌های باکتری‌ها تمایز ایجاد کرد و به سرعت (درصورت داشتن غلظت کافی از باکتری خالص در کمتر از یک دقیقه) آن را شناسایی نمود [۶ و ۷]. شکل (۹) تمایز جداره باکتری‌ها را در دستگاه طیف‌سنجی جرمی MALDI-TOF MS نشان می‌دهد.



شکل (۹): چگونگی تشخیص سه باکتری با کمک روش MALDI-TOF MS [۶].

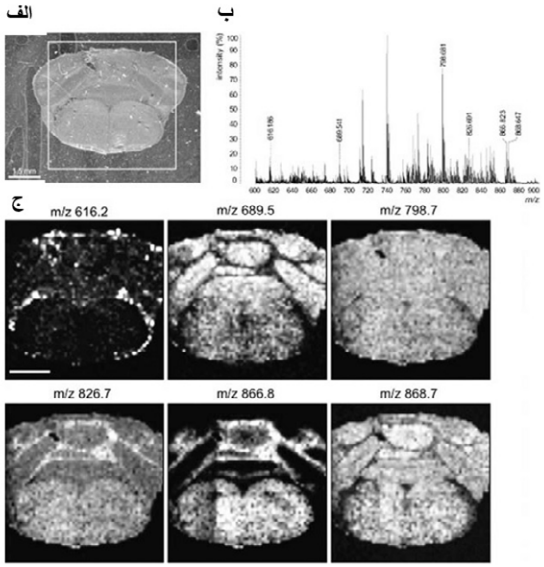
این نمونه‌ها می‌توانند از هر نوعی باشند تا با این روش شناسایی انجام شود (شکل (۱۰)). در بیمارستان دانشگاه گوتنبرگ در کشور سوئد، در هفته به‌صورت متوسط، ۵۰ هزار نمونه باکتریایی (با هزینه یک دلار برای هر نمونه) مورد آنالیز بیمارستان قرار می‌گیرد.



شکل (۱۰): انواع مختلف نمونه‌های انسانی برای روش MALDI-TOF MS [۳].

امروزه در حوزه شناسایی سرطان‌ها، استفاده از روش‌های TOF بسیار کاربرد یافته است که با شناسایی گلیکو پروتئین‌ها (بیومارکرها) و شاخص سرطان‌های مختلف، به دنبال بررسی احتمال سرطان و بعد از آن در طول درمان سرطان، جرم این گلیکو پروتئین‌ها را به‌منظور مشخص شدن اثربخشی درمان، دنبال می‌کنند.

استفاده از روش TOF در سامانه تصویربرداری طیف‌سنجی جرمی[۳۲] موجب شده‌است که بتوان علاوه‌بر توپولوژی یک سطح که نشانگر پستی و بلندی‌های آن است، از جنس مواد تشکیل دهنده سطح زیستی (نوع متابولیت) و یا سنتزی (نوع ترکیب) نیز مطلع شد (شکل (۱۱)) [۷].



شکل (۱۱): توزیع لیپیدها در مغز موش با استفاده از روش تصویربرداری طیف‌سنجی جرمی. (الف): تصویر میکروسکوپ نوری از بافت مغز موش، (ب): طیف جرمی بافت مغز موش که نشان دهنده جرم متابولیت‌های آن است، (ج) پراکنش جرم متابولیت‌ها در قسمت‌های مختلف از بافت مغز موش [۶].

این روش تصویربرداری طیف‌سنجی جرمی، تحولی را در مطالعه سطوح زیستی ایجاد کرده است؛ در این روش، هر بافت می‌تواند برش‌برداری شود و بعد تحت تاثیر عامل یون‌ساز (MALDI، ESI) قرار گیرد، نمونه‌های موجود در سطح، یون شده و با استفاده از روش TOF از یکدیگر جداسازی می‌شوند. هر جرم نشان دهنده محل هر لیپید خاص در مغز موش است.

روش جداسازی کننده TOF برای یون‌سازهای معروف دیگر نظیر یونیزاسیون الکترواسپری دفعی[۳۳] و یونیزاسیون الکترواسپری استخراجی[۳۴] که برای آنالیز سریع نمونه‌های جامد، مایع و گازی مورد استفاده قرار می‌گیرند، استفاده می‌شود [۸].

نتیجه‌گیری

به واسطه ویژگی‌هایی که در این گزارش به اجمال بیان شد، از دستگاه‌های طیف‌سنجی جرمی مبتنی بر زمان پرواز که در واقع از ساده‌ترین، پرکاربردترین و سریع‌ترین آنالایزرهای دستگاه‌های طیف‌سنجی جرمی نیز محسوب می‌شوند، در طیف گسترده‌ای از زمینه‌های علمی و تحقیقاتی (از جمله در تشخیص سریع بیماری‌های عفونی، شناسایی ساختارهای مولکولی مختلف، شناسایی باکتری‌ها، کنترل کیفیت مواد غذایی و آب و تعیین نشانگرهای زیستی و غیره) استفاده می‌شود. بنابراین، نمی‌توان از نقش برجسته این روش و لزوم بکارگیری آن در برطرف کردن بسیاری از نیازهای امروزی چشم‌پوشی کرد.

پی‌نوشت

۱. استاد شیمی تجزیه، پژوهشکده گیاهان و مواد اولیه دارویی، دانشگاه شهید بهشتی

۲. دانشجوی دکتری شیمی دارویی پژوهشکده گیاهان و مواد اولیه دارویی دانشگاه شهید بهشتی

3. Matrix Assisted Laser Desorption/Ionization-Time of Flight Mass Spectrometry, MALDI-TOF MS

4. Electrospray – Time of Flight Mass Spectrometry, ESI-TOF MS

5. time of flight (TOF)

6. Ionization

7. Mass Analyzer

8. Detector

9. Ion Source

10. Fourier Transform Ion Cyclotron Resonance (FT-ICR)

11. Orbitrap

12. Triple quadrupole (QQQ)

13. Matrix Assisted Laser Desorption Ionization, MALDI

14. Electrospray

15. Linear

16. Electrospray Ionization Time-of-Flight Mass Spectrometer (ESI-TOF-MS)

17. High-Performance Liquid Chromatography (HPLC)

18. Ultra-Performance Liquid Chromatography (UPLC)

19. Lockspray

20. Biotyper

21. Fragmentation

22. Top-down

23. Collision Induce Dissociation (CID)

24. Bottom-Up

25. Peptide Mass Fingerprint (PMF)

26. Mascot

27. Covid-19

28. Reverse transcription polymerase chain reaction (RT-PCR)

29. Gel Permeation Chromatography (GPC)

30. Size Exclusion Chromatography (SEC)

31. The Food and Drug Administration (FDA)

32. Mass Spectrometry Imaging (MSI)

33. Desorption electrospray ionization (DESI)

34. Extractive electrospray ionization (EESI)

مراجع

[1] Jürgen H. Gross, Mass Spectrometry, 2017, Springer.

[2] Marek Smoluch, Giuseppe Grasso, Piotr Suder, and Jerzy Silberring, Mass Spectrometry, 2019, Wiley.

[3] Waters c. Catalog for Synapt G2.

[4] Conrad Bessant, Proteome Informatics, 2017, RSC.

[5] Giorgio Montaudo, Filippo Samperi, Maurizio S. Montaudo, Review, Progress in Polymer Science, 2006, 31(3), 277-357.

[6] Haroun N. Shah, MALDI-TOF and Tandem MS for Clinical Microbiology, 2017, Wiley.

[7] Hamideh Hamidi, Ramin Bagheri Nejad, Ali Es'haghi, and Alireza Ghassempour, A Combination of MALDI-TOF MS and Species-Unique Biomarkers' Discovery for Rapid Screening of Brucellosis, J. Am. Soc. Mass Spectrom. 2022, 33 (8) 1530–1540.

[8] Hasan Baghernia, Seyed Mohammad Javad Seyed Golestan, Shahedeh Hajiani, Babek Shokri and A. Ghassempour, Increasing DESI-MS Ion Signal by Plasma Treatment, J. Am. Soc. Mass Spectrom. 2022, 23(6), 907-916.Jürgen H. Gross, Mass Spectrometry, 2017, Springer.

No.41 ■ Spring 2023 ■ Issue 1 ■ Volume 11
Iranian Journal of Laboratory Knowledge

Authors

Dr.Alireza Ghassempour[1*]
Amirreza Sharif[2]

*a-ghassempour@sbu.ac.ir

1. Professor of Analytical Chemistry, Research Institute of Plants and Medicinal Raw Materials, Shahid Beheshti University
2. PhD student in Medicinal Chemistry, Research Institute of Plants and Medicinal Raw Materials, Shahid Beheshti University

Time-of-Flight Mass Spectrometry

Abstract

In recent years, Matrix Assisted Laser Desorption/Ionization-Time of Flight Mass Spectrometry (MALDI-TOF MS) and Electrospray-Time of Flight Mass Spectrometry (ESI-TOF MS) have been widely used in different countries. Several thousand types of these devices are used for elemental and molecular analysis from the environmental level to hospitals and various industries, from satellites to the detection of any toxic substance and many other cases are being heavily developed. The heart of these devices is the time-of-flight mass analyzer system, where the ionized samples (with MALDI or ESI or other methods) are flown in this mass analyzer system and, based on the flight time of each ion inside this system (which depends on their mass), are determined by mass. In this report, the theory of the system (TOF), its different types and its advantages and disadvantages are briefly discussed. Also, the use of this method in the analysis of materials, especially macromolecules (synthetic to biological) and other cases of using this method are mentioned.

Keywords

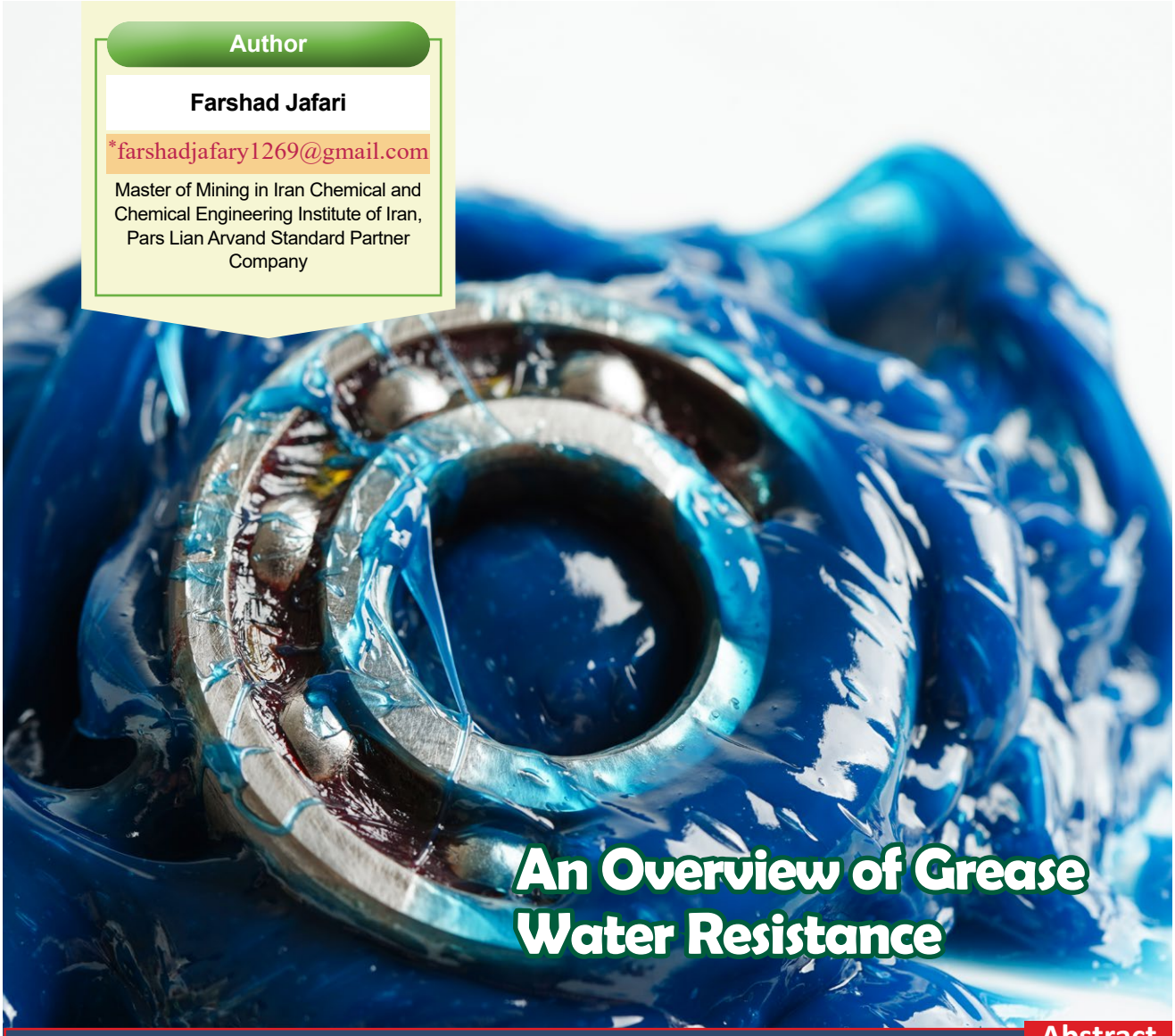
Mass Spectrometry, MALDI-TOF MS, ESI-TOF MS, Biomolecule analysis.

Author

Farshad Jafari

*farshadjafary1269@gmail.com

Master of Mining in Iran Chemical and Chemical Engineering Institute of Iran, Pars Lian Arvand Standard Partner Company



An Overview of Grease Water Resistance

Abstract

Many grease-lubricated components operate in wet environments, making them susceptible to water contamination which degrades their performance, functionality, and useful life. Hence, selecting a grease with appropriate water-resistant properties can have a significant influence on the life of the machine. While industry standards attempt to evaluate a grease's water resistance, research indicates that a more thorough understanding of water resistance is needed to properly match a grease to an application. This paper provides an overview of the interaction of grease and water, covers existing water-resistance standards, discusses the results of available experiments aiming to describe the effects of water on grease, demonstrates the need for more meaningful standards, and suggests additional measures for characterizing a grease's water resistance.

Keywords

grease contamination; water resistance; water contamination

No.41 ■ Spring 2023 ■ Issue 1 ■ Volume 11
Iranian Journal of Laboratory Knowledge

The Role of the Laboratory in the Quality Control of Seamless Gas Cylinders.

Author
Amir Edrisi
Edrisi.amir@gmail.com
Msc Marketing and Metallurgical Engineering, TAVANA Laboratory Manager.

Part 2

Abstract

The purpose of this article is to explain the role of the laboratory and standard tests in the quality control of seamless cylinders. First, in this part of the article, general and functional tests of seamless cylinders including Ambient temperature pressure cycling, Leak Test, Bonfire Test, Penetration Test, Hydrostatic Pressure Test and other functional tests were discussed and then non-destructive tests such as magnetic particle tests, crack detection and thickness measurement by ultrasonic Test method were investigated.

In the following, the specialized tests of type II, III and IV automotive and industrial cylinders, including acid environment tests, Extreme temperature pressure cycling Test, High temperature creep Test, Composite flaw tolerance Test, Accelerated stress rupture Test and others Tests were stated and at the end, the tests of adhesion, flexibility, Coating Thickness measurement and other tests of the protective coating of the cylinders were investigated.

Based on the presented materials, regard to the great number of selective Tests and approval procedure that should meet the standards in a Accredited laboratory, as well as continuously quality controls, the reliability and high level of safety of these cylinders are guaranteed.

Keywords

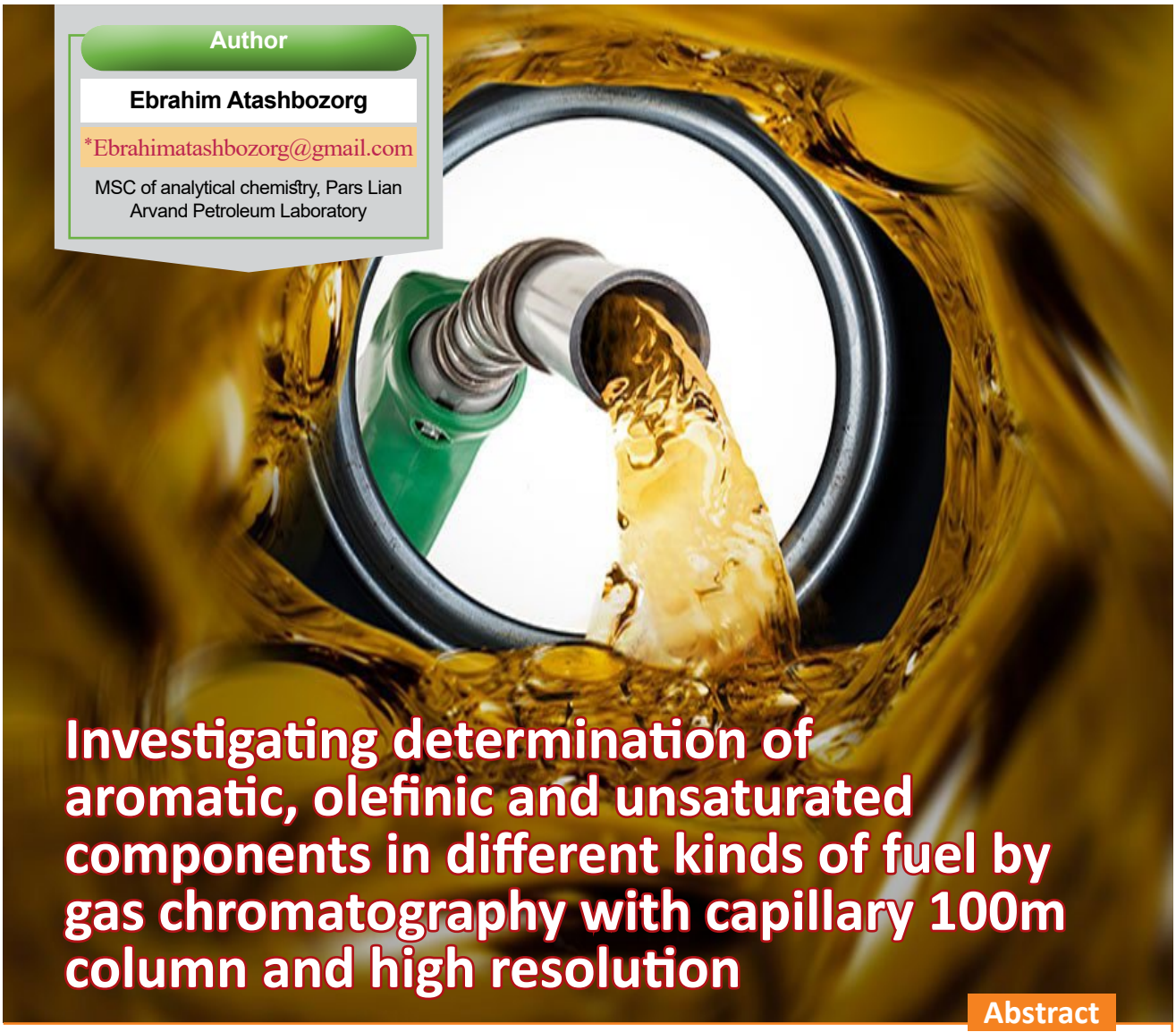
Laboratory, Seamless Gas Cylinders, Compressed Catural Gas (CNG), Material tests, Mechanical properties tests, Destructive test, Non-destructive tests.

Author

Ebrahim Atashbozorg

*Ebrahimatashbozorg@gmail.com

MSC of analytical chemistry, Pars Lian Arvand Petroleum Laboratory



Investigating determination of aromatic, olefinic and unsaturated components in different kinds of fuel by gas chromatography with capillary 100m column and high resolution

Abstract

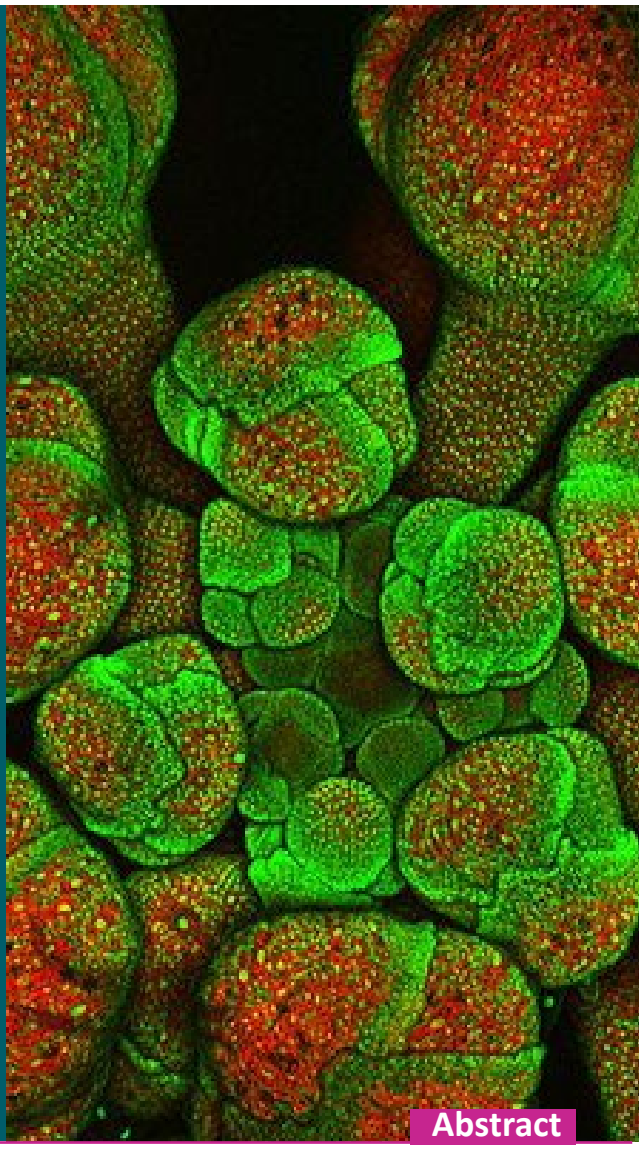
Determination of oxygenated additive compounds like ethanol, MTBE, ETBE and also aromatic compounds like xylenes, benzene and toluene in different kinds of engine fuels and vehicles is very important due to check the quality and environment issues. Regarding to this topic using gas chromatography has a great importance and measuring of these evaporative compounds is easy done by this method. ASTM D6729 is the method for measuring of above compounds in different fuels by gas chromatography. Gas chromatography is an analytical method for separation of evaporative compounds in gas phase. In gas chromatography method the gas components of sample dissolved in a solvent, evaporate between two stationary and mobile phases and then separation happens. Mobile phase is an inert gas that keep moving of sample molecules in the warmed column.

Keywords

Gas chromatography, fuel, hydrocarbon, aromatic, olefin, separation of evaporative compounds, MTBE, ETBE, oxygenate, carrier gas.

No.41 ■ Spring 2023 ■ Issue 1 ■ Volume 11
Iranian Journal of Laboratory Knowledge

Author
Parvin Hadian
*parvinhadian@gmail.com
1. MSc. Analytical Chemistry, Nanotechnology laboratory, Agriculture Biotechnology Research institute of Iran.
2. SPM Experts Workgroup



Laser Scanning Confocal Microscopy

Part 2

Abstract

Biological laser scanning confocal microscopy relies heavily on fluorescence as an imaging mode, primarily due to the high degree of sensitivity afforded by the technique coupled with the ability to specifically target structural components and dynamic processes in chemically fixed as well as living cells and tissues. Many fluorescent probes are constructed around synthetic aromatic organic chemicals designed to bind with a biological macromolecule (for example, a protein or nucleic acid) or to localize within a specific structural region, such as the cytoskeleton, mitochondria, Golgi apparatus, endoplasmic reticulum, and nucleus. Other probes are employed to monitor dynamic processes and localized environmental variables, including concentrations of inorganic metallic ions, pH, reactive oxygen species, and membrane potential. Fluorescent dyes are also useful in monitoring cellular integrity (live versus dead and apoptosis), endocytosis, exocytosis, membrane fluidity, protein trafficking, signal transduction, and enzymatic activity. In addition, fluorescent probes have been widely applied to genetic.

Keywords
Laser scanning confocal microscopy, Fluorescence, Fluorophores

Authors

Maryam Moallemi Bahmani[1*]

*Maryam.moallemi.m@gmail.com

1. Masters in analytical chemistry, Parsian Behine Payesh Labrotory

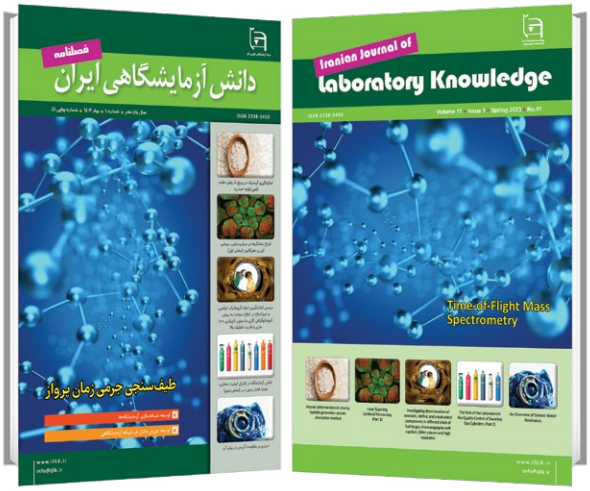
Arsenic determination in rice by hydride generation atomic absorption method

Abstract

Contamination of soils and water environments with heavy metals is a serious and expanding problem. The entry of heavy metals through human activities has caused the pollution of many soils. Also, contamination of rice with heavy metals and its entry into the food chain can have harmful effects on human health. Arsenic species need to be carefully monitored in food due to their toxicity. In this article, the importance of measuring arsenic in rice by selective hydride production atomic absorption spectrometry, as well as the types of nuisances and methods to solve them, are discussed. The atomic absorption spectrometer must be equipped with an air-acetylene torch, a hydride vapor generator, a quartz absorption tube, an arsenic hollow cathode lamp, suitable for measuring at a wavelength of 193.7 nm.

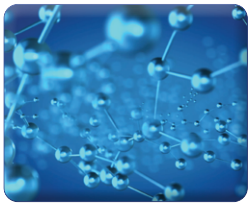
Keywords

Arsenic, Rice, Atomic Absorption.



Contents

Articles

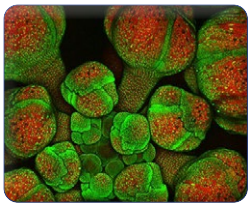


Time-of-Flight Mass Spectrometry
›55

An Overview of Grease Water Resistance
›56

The Role of the Laboratory in the Quality Control of Seamless Gas Cylinders. (Part 2)
›57

Investigating determination of aromatic, olefinic and unsaturated components in different kinds of fuel by gas chromatography with capillary 100m column and high resolution
›58



Laser Scanning Confocal Microscopy (Part 1)
›59

Arsenic determination in rice by hydride generation atomic absorption method
›60

Iranian Journal of
Laboratory Knowledge

Volume 11 ▪ Issue 1 ▪ Spring 2023 ▪ No.41

ISSN 2538-3450

Concessionaire: Iran Nanotechnology Laboratory Network

Managing Editor: Reza Asadifard

Editor in Chief: Mojtaba Nasab

Executive Management: Iran Nanotechnology Laboratory Network (INLN)

Article Editor: Davoud Gharailou

Authors:
Dr.Alireza Ghassempour, Amirreza Sharif
Amir Edrisi, Farshad Jafari,Ebrahim Atashbozorg
Parvin Hadian, Maryam Moallemi Bahmani,

Designer : Simin Rafipour Langroudi

Editor: Zeinab Zarincheh

Iran, Tehran, Po.Box: 14565-344

www.IJLK.ir

Email : info@ijlk.ir

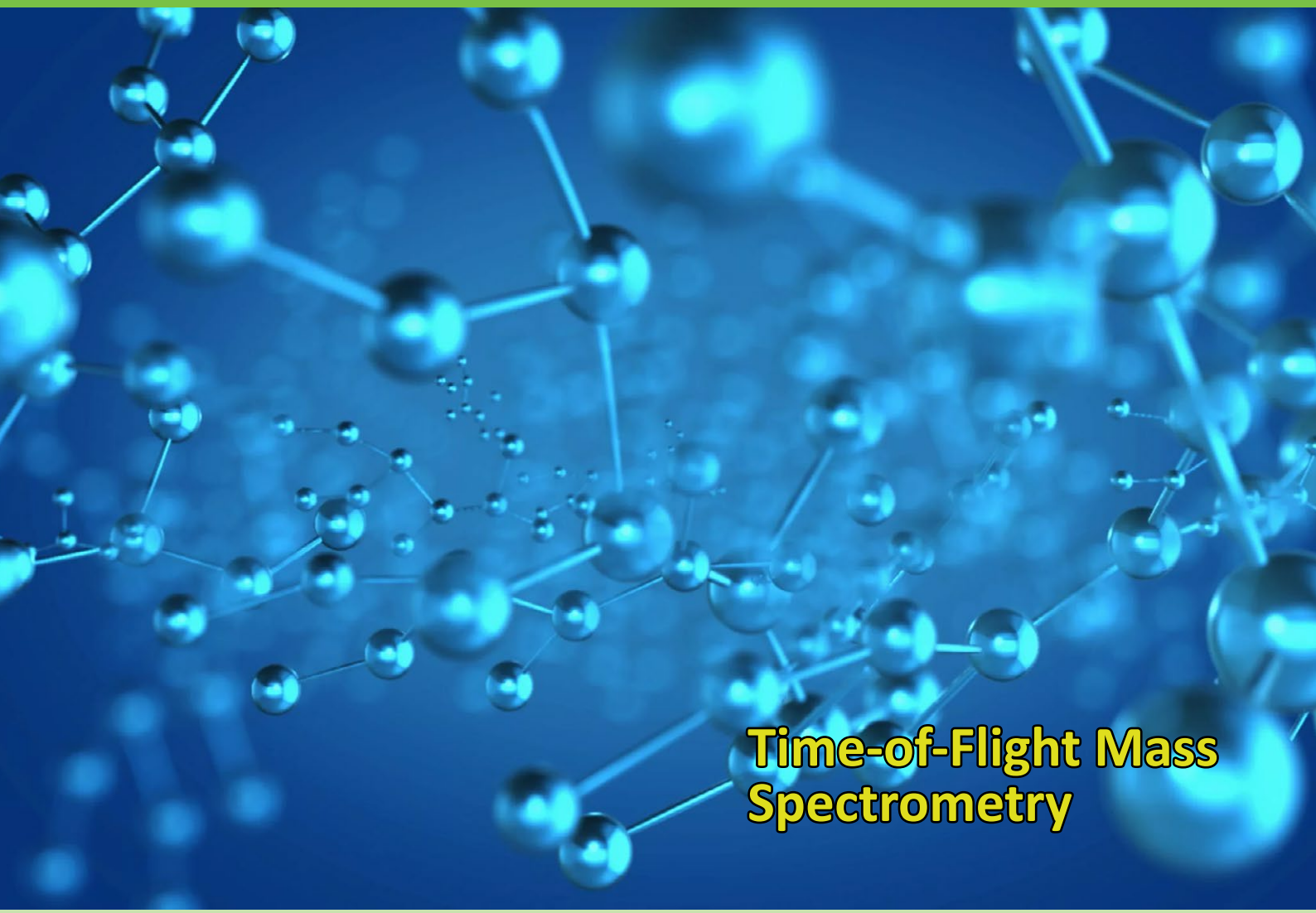
Iran Nanotechnology Laboratory Network

Iran Nanotechnology Laboratory Network

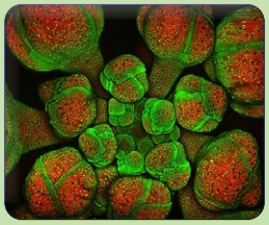
Iranian Journal of Laboratory Knowledge

ISSN 2538-3450

Volume 11 ▪ Issue 1 ▪ Spring 2023 ▪ No.41



Arsenic determination in rice by hydride generation atomic absorption method



Laser Scanning Confocal Microscopy (Part 1)

Investigating determination of aromatic, olefinic and unsaturated components in different kinds of fuel by gas chromatography with capillary 100m column and high resolution

The Role of the Laboratory in the Quality Control of Seamless Gas Cylinders. (Part 2)

An Overview of Grease Water Resistance

www.IJLK.ir
info@ijlk.ir