



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران
۱۰۶۰۲

تجدید نظر اول

۱۳۹۵

INSO
10602
1st. Revision
2016

روان کننده‌ها، روغن‌های صنعتی و
فراورده‌های مربوطه - تعیین گوگرد فعال در
روغن‌های برش - روش آزمون

**Lubricants, industrial oils and related
products - Determination of active sulfur in
cutting oils - Test method**

ICS: 75.100

سازمان ملی استاندارد ایران

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

صندوق پستی: ۱۴۱۵۵-۶۱۳۹ تهران-ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۳۱۵۸۵-۱۶۳ کرج-ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: standard@isiri.org.ir

وبگاه: <http://www.isiri.org>

Iranian National Standardization Organization (INSO)

No.1294 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: standard@isiri.org.ir

Website: <http://www.isiri.org>

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

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

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف‌کنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح، بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌شود به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری کند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استانداردهای کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، واسنجی وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2- International Electrotechnical Commission

3- International Organization for Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

« روان‌کننده‌ها، روغن‌های صنعتی و فراورده‌های مربوطه - تعیین گوگرد فعال در روغن‌های

برش - روش آزمون »

(تجدیدنظر اول)

رئیس:

سمت و/یا محل اشتغال:

کشوری، عباسعلی

(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

کارشناس کیفی - شرکت ساپکو

دبیر:

آسائی اردکانی، آمیتیس

(کارشناسی شیمی کاربردی)

کارشناس - اداره استاندارد کاشان

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

آیتی، مهناز

(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

کارشناس کنترل کیفیت - شرکت نفت ایرانول

ابراهیمی، مهرداد

(کارشناسی مهندسی ایمنی)

مدیر پشتیبانی - شرکت مشاوران آزمایش نفت ایرانیان

اصغریان مرزآباد، محیا

(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

کاردان تحقیق و توسعه - شرکت نفت پارس

جمشیدی، پریسا

(کارشناسی ارشد شیمی)

کارشناس پژوهش - اتحادیه صادرکنندگان نفت، گاز و پتروشیمی

حاج ابراهیمی، مجید

(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

کارشناس مسئول فنی - شرکت نفت سپاهان

رادی، پانته آ

(کارشناسی شیمی)

کارشناس نظارت بر اجرای استاندارد - سازمان ملی استاندارد

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

شجاع، سید محمد رضا
(کارشناسی ارشد شیمی)

سبزی، علی
(کارشناسی ارشد شیمی کاربردی)

فتح اله خان، سارا
(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

قدسی نژاد، رضا
(کارشناسی شیمی)

کرم دوست، ساناز
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

کیانفر، سیما
(کارشناسی ارشد شیمی)

مسعودی، هوشنگ
(کارشناسی شیمی)

نیک سیرت، نازلی
(کارشناسی ارشد شیمی کاربردی)

ویراستار:

امینیان، وحید
(کارشناسی ارشد شیمی)

سمت و/یا محل اشتغال:

رئیس آزمایشگاه استاندارد- پژوهشگاه صنعت نفت

مسئول آزمایشگاه روغن- پژوهشگاه نیرو

قائم مقام مدیر کیفی- شرکت مشاوران آزمایش نفت ایرانیان

کارشناس- شرکت پالایش نفت تهران

مسئول کیفی- شرکت کاسترول

کارشناس- اداره کل استاندارد استان تهران

مدیر کیفیت- شرکت البرز تدبیرکاران

کارشناس ارشد پژوهش - شرکت نفت ایرانول

معاون پژوهشگرده شیمی و پتروشیمی پژوهشگاه استاندارد

پیش‌گفتار

استاندارد « روان‌کننده‌ها، روغن‌های صنعتی و فراورده‌های مربوطه - تعیین گوگرد فعال در روغن‌های برش - روش آزمون » که نخستین بار در سال ۱۳۸۶ تدوین و منتشر شد، بر اساس پیشنهادهای دریافتی و بررسی و تأیید کمیسیون‌های مربوط برای اولین بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در هشتاد و ششمین اجلاس کمیته ملی استاندارد تجهیزات و فراورده‌های نفتی مورخ ۹۵/۸/۲۲ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

استانداردهای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران - ساختار و شیوه نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهند شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۶۰۲ : سال ۱۳۸۶ می‌شود.

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

ASTM D1662: 2008, Standard test method for of active sulfur in cutting oils - Test method

روان‌کننده‌ها، روغن‌های صنعتی و فراورده‌های مربوطه - تعیین گوگرد فعال در روغن‌های برش - روش آزمون

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

۱ هدف و دامنه کاربرد

۱-۱ هدف از تدوین این استاندارد، تعیین گوگرد فعال در روغن‌های برش می‌باشد. این روش آزمون برای گوگرد واکنش‌پذیر با پودر مس در دمای 150°C در سیالات برش حاوی گوگرد طبیعی و گوگرد اضافه شده، کاربرد دارد.

یادآوری - ارتباط بین مقدار گوگرد فعال که با این روش تعیین می‌شود با کارایی میدانی سیال برش تعیین نشده است.

۲ مراجع الزامی^۱

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

در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام‌آور نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی برای این استاندارد الزام‌آور است.

استفاده از مرجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

2-1 ASTM D130:2012 Test Method for Corrosiveness to Copper from Petroleum Products by Copper Stript Test

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۳۳۶: سال ۱۳۸۶ (تجدیدنظر سوم)، فراورده‌های نفتی - تشخیص خوردگی تیغه مسی - روش آزمون، با استفاده از ISO 2160:1998 تدوین شده است.

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌رود:

۱-۳

گوگرد فعال

active sulfur

گوگرد موجود در یک سیال برش که در دمای 150°C و در شرایط معین با مس فلزی واکنش می‌دهد.

۴ اصول کلی

۱-۴ مقداری از نمونه در دمای 150°C با پودر مس واکنش داده می‌شود. پودر مس با صاف کردن از مخلوط جدا می‌شود. مقدار گوگرد فعال از اختلاف بین مقادیر گوگرد نمونه، قبل و بعد از واکنش با مس، گزارش می‌شود.

۵ اهمیت و کاربرد

این روش آزمون، مقدار گوگردی را اندازه‌گیری می‌کند که می‌تواند با سطوح فلزی واکنش دهد و به روانکاری جامد در دمای آزمون کمک کند. سرعت واکنش به نوع فلز، دما و زمان بستگی دارد.

۶ مواد و/یا واکنشگرها

۱-۶ رقیق‌کننده، روغن سفید بدون گوگرد، متیل لاردیت^۱ یا دی آلکیل بنزن

۲-۶ پودر مس، با خلوص بیش از ۹۹٪ و اندازه ذرات کوچک‌تر از $75\mu\text{m}$ (با مش ۲۰۰)

۷ وسایل

۱-۷ کاغذ صافی، اندازه نگه‌داری $2/5\mu\text{m}$

۲-۷ همزن شیشه‌ای به شکل T وارونه، یک تیغه تخت با درازای تقریبی 25mm ، عرض 6mm و ضخامت 1mm باید به یک میله شیشه‌ای با قطر 6mm به گونه‌ای متصل شود که تیغه نسبت به میله تقارن داشته و بر سطح تیغه تخت عمود باشد. به صورت جایگزین می‌توان از یک میله همزن مغناطیسی با روکش شیشه‌ای به ابعاد $9,5\text{mm} \times (34,9\text{mm} \pm 2\text{mm})$ نیز استفاده نمود.

1- Methyl lardate

۳-۷ دستگاه همزن، یک موتور الکتریکی با قابلیت تنظیم در سرعت $25 \text{rpm} \pm 50 \text{rpm}$. در صورت استفاده از همزن مغناطیسی با روکش شیشه‌ای، یک اجاق برقی دارای همزن مغناطیسی لازم است.

۴-۷ اجاق برقی^۱، الکتریکی یا هر منبع گرمایی مناسب دیگر با قابلیت نگهداری دمای نمونه در $150^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$

۵-۷ بشر، ۲۰۰ ml، ساخته شده از شیشه مقاوم در برابر گرما، بلند و لبه دار

۸ روش اجرای آزمون

۱-۸ غلظت گوگرد نمونه مورد آزمون را با روش قابل قبولی با دقت $\pm 0.15\%$ تعیین کنید.

یادآوری- برای دستیابی به بهترین نتیجه، نمونه را با روغن سفید بدون گوگرد، متیل لاردیت یا دی‌آکیل بنزن رقیق کنید تا مقدار گوگرد 2% تا 4% شود.

۲-۸ $2 \text{g} \pm 50 \text{g}$ نمونه یا نمونه رقیق شده را درون بشر بلند 200ml بریزید، همزن را تا 5 میلی متری انتهای بشر پایین بیاورید، $0.25 \text{g} \pm 5 \text{g}$ پودر مس را اضافه کنید و تا دمای $150^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ با سرعت همزن $25 \text{rpm} \pm 50 \text{rpm}$ گرم کنید. در صورت استفاده از همزن مغناطیسی، آن را طوری تنظیم کنید که با سرعت $25 \text{rpm} \pm 50 \text{rpm}$ بچرخد. زمانی که دما به $150^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ رسید، دوباره مقدار $0.25 \text{g} \pm 5 \text{g}$ پودر مس اضافه کنید. همزدن را در دمای $150^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ به مدت $1 \text{min} \pm 30 \text{min}$ ادامه دهید. پس از پایان این مدت، همزدن را متوقف کنید و یک تیغه مسی آماده شده طبق استاندارد ASTM D130 را به مدت $0.25 \text{min} \pm 10 \text{min}$ درون بشر قرار دهید. پس از گذشت این مدت، در صورت مشاهده هرگونه نشانه‌ای از لکه بر روی تیغه، دوباره $0.25 \text{g} \pm 5 \text{g}$ پودر مس اضافه کنید و دوباره به هم بزنید. همزدن مخلوط در دمای $150^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ را به مدت $1 \text{min} \pm 30 \text{min}$ ادامه دهید. دوباره یک تیغه مسی (به طوری که قبلاً ذکر شد) را به مدت $0.25 \text{min} \pm 10 \text{min}$ وارد بشر کنید. این عمل را ضمن حفظ دمای مخلوط در $150^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ ، تا زمانی که بر روی تیغه مسی هیچ لکه‌ای مشاهده نشود، تکرار کنید.

۳-۸ در پایان مرحله گرمادهی، مخلوط واکنش را از کاغذ صافی عبور دهید تا محلول صاف شده، شفاف و بدون ذرات قابل مشاهده شود.

یادآوری- به منظور تسریع عمل صاف کردن، می‌توان تجهیزات صاف کردن را در یک آون با دمای $1^\circ\text{C} \pm 100^\circ\text{C}$ قرار داد.

۴-۸ مقدار گوگرد نمونه صاف شده را با استفاده از همان روش ذکر شده در بند ۸-۱، تعیین کنید.

۹ محاسبه

۹-۱ غلظت گوگرد فعال نمونه را طبق معادله زیر محاسبه کنید:

$$A - B = \text{گوگرد فعال (درصد وزنی)}$$

که در آن:

A درصد وزنی گوگرد نمونه قبل از واکنش با پودر مس؛

B درصد وزنی گوگرد نمونه بعد از واکنش با پودر مس.

۱۰ دقت و اریبی

۱۰-۱ برای تعیین دقت درون آزمایشگاهی و بین آزمایشگاهی این روش آزمون، چهار نمونه سیال دارای مقادیر گوگرد فعال ۰٫۹٪، ۳٫۶٪، ۰٫۳٪ و ۲٫۱٪ با سه بار تکرار توسط نه آزمایشگاه آزمون شدند.

۱۰-۱-۱ تکرارپذیری

اگر دو نتیجه آزمون حاصل از یک آزمایشگاه، بیش از مقدار "t" اختلاف داشته باشند، نتیجه قابل قبول نمی‌باشد. "t" فاصله بیان‌کننده اختلاف بحرانی بین دو نتیجه آزمون برای همان ماده است که توسط یک آزمایشگر با استفاده از وسایل یکسان در همان روز و همان آزمایشگاه به دست آمده است.

۱۰-۱-۲ تجدیدپذیری

اگر دو نتیجه آزمون بیش از مقدار "R" اختلاف داشته باشند، نتیجه قابل قبول نمی‌باشد. "R" فاصله بیان‌کننده اختلاف بین دو نتیجه آزمون برای همان ماده است که توسط دو آزمایشگر با استفاده از وسایل مختلف در آزمایشگاه‌های متفاوت به دست آمده است.

۱۰-۱-۳ ارزیابی‌ها طبق بندهای ۱۰-۱-۱ و ۱۰-۱-۲ با سطح اطمینان تقریبی ۹۵٪ صحیح می‌باشند.

۱۰-۱-۴ نتایج حاصل از مطالعه درون آزمایشگاهی در جداول ۱ و ۲ خلاصه شده‌اند.

۱۰-۲ اریبی

در حال حاضر، اظهارنظری در مورد اریبی نمی‌تواند انجام شود چون هیچ ماده مرجع قابل قبول مناسبی برای تعیین اریبی، آنالیز نشد.

جدول ۱- درصد گوگرد فعال

میانگین	انحراف استاندارد تکرار پذیری	انحراف استاندارد تجدید پذیری	حدود تکرار پذیری	حدود تجدید پذیری	مواد
Xbar	Sr	SR	r	R	
۰٫۹۴۵۴	۰٫۰۳۴۸	۰٫۰۷۰۶	۰٫۰۹۷۴	۰٫۱۹۷۶	A
۳٫۳۶۸۷	۰٫۱۰۲۲	۰٫۵۷۸۷	۰٫۲۸۶۲	۱٫۶۲۰۵	B
۰٫۳۹۰۲	۰٫۰۸۲	۰٫۲۹۶۹	۰٫۲۲۹۶	۰٫۸۳۱۲	C
۱٫۹۶۴۳	۰٫۱۵۵۱	۰٫۴۶۶۸	۰٫۴۳۴۳	۱٫۳۰۷۰	D

جدول ۲- توصیف ماده

A	سیال ۱	منبع A با روغن معدنی پارافینیک حاوی ۱٪ گوگرد کل و ۰٫۹٪ گوگرد فعال
B	سیال ۲	منبع A با روغن معدنی پارافینیک حاوی ۴٪ گوگرد کل و ۳٫۶٪ گوگرد فعال
C	سیال ۳	منبع B با روغن معدنی پارافینیک حاوی ۱٪ گوگرد کل و ۰٫۳٪ گوگرد فعال
D	سیال ۴	منبع A و B با روغن معدنی پارافینیک حاوی ۴٪ گوگرد کل و ۲٫۱٪ گوگرد فعال