

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЭМУЛЬСОЛЫ И ПАСТЫ

Методы испытаний

Emulsions and pastes.
Test methodsГОСТ
6243—75МКС 75.080
ОКСТУ 0209

Дата введения 01.07.76

Настоящий стандарт распространяется на нефтяные эмульсолы, пасты и устанавливает следующие методы испытаний:

- внешний вид;
 - коррозионная агрессивность эмульсии (приготовленной на дистиллированной и жесткой воде);
 - стабильность эмульсии;
 - рН эмульсии;
 - стабильность эмульсола при низких температурах;
 - стабильность эмульсола при хранении;
 - влияние жесткой воды на качество эмульсолов.
- Требования настоящего стандарта являются обязательными.
(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

1. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВНЕШНЕГО ВИДА

1.1. Аппаратура

- 1.1.1. Для определения внешнего вида применяют:
цилиндр с приточенной пробкой по ГОСТ 1770, вместимостью 50, 100 и 250 см³;
чашку выпарительную по ГОСТ 9147, вместимостью 100 и 250 см³;
шпатель фарфоровый по ГОСТ 9147 или металлический;
стекло предметное.

1.2. Подготовка к испытанию

Перед взятием пробы на испытание эмульсол и пасту тщательно перемешивают. Эмульсол перемешивают в цилиндре, заполненном на $\frac{3}{4}$ его вместимости, пасту перемешивают шпателем в выпарительной чашке.

1.3. Проведение испытания

Подготовленный по п. 1.2 эмульсол наливают в цилиндр вместимостью 50 или 100 см³ и рассматривают в проходящем свете.

Консистенцию, однородность, цвет и прозрачность эмульсола оценивают визуально.

При определении внешнего вида пасты последнюю наносят шпателем на предметное стекло слоем около 1 мм и рассматривают в проходящем свете.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОРРОЗИОННОЙ АГРЕССИВНОСТИ ЭМУЛЬСИИ

2.1. Капельный метод определения коррозионной агрессивности эмульсии, приготовленной на дистиллированной воде.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.1.1. Аппаратура, материалы и реактивы

2.1.1.1. Для определения коррозионной агрессивности эмульсии применяют:

гигрометр или психрометр бытовой, типа ПБ-1Б или ПБ-1БМ или другой с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками;

стакан В-1—100 ТС или стакан В-1—150 ТС по ГОСТ 25336;

цилиндр с пришлифованной пробкой по ГОСТ 1770, вместимостью 100 см³;

пипетки по НТД, вместимостью 2 см³ или трубку стеклянную с оттянутым концом;

палочки стеклянные с оплавленными концами;

пинцет;

весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104* 20-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

пластинки из серого чугуна по ГОСТ 26358, диаметром 50 мм, толщиной 5—6 мм или квадратные — размером 75 × 75 мм и толщиной 6—10 мм;

марка чугуна указывается в нормативно-технической документации на эмульсол;

шкурку шлифовальную на бумажной основе по ГОСТ 10054, зернистостью шлифовального порошка 3 или 4;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 высшего сорта;

кальций хлористый плавленый, безводный;

натрий углекислый по ГОСТ 83, ч.д.а. или ч.;

эксикатор 1—230 или эксикатор 1—290 по ГОСТ 25336;

вату гигроскопическую по ГОСТ 5556;

бумагу фильтровальную по ГОСТ 12026;

эксикатор по ГОСТ 25336.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

2.1.2. Подготовка к испытанию

2.1.2.1. Приготовление эмульсии из эмульсола на дистиллированной воде.

В цилиндр вместимостью 100 см³ помещают 50 см³ дистиллированной воды и добавляют эмульсол, подготовленный в соответствии с п. 1.2, массой, равной процентному содержанию его в эмульсии, предусмотренной нормативно-технической документацией.

Цилиндр закрывают пробкой и встряхивают пять-шесть раз. Затем доводят дистиллированной водой до 100 см³ и тщательно взбалтывают до получения однородной эмульсии. Эмульсию выдерживают в состоянии покоя при температуре (20 ± 5) °С в течение 30 мин.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

2.1.2.2. Приготовление эмульсии из пасты на дистиллированной воде

Пасту, подготовленную по п. 1.2, взвешивают в стакане с погрешностью не более 0,01 г в количестве, необходимом для получения 100 см³ эмульсии такой концентрации, которая предусмотрена в нормативно-технической документации на пасту. В стакан с пастой приливают 15—20 см³ дистиллированной воды, перемешивают стеклянной палочкой и переводят с помощью палочки смешанную с водой пасту в цилиндр. Стакан ополаскивают 2—3 раза небольшим количеством дистиллированной воды, которую также сливают в цилиндр, после чего содержимое цилиндра доводят до 100 см³ добавлением дистиллированной воды и взбалтывают до получения однородной эмульсии.

2.1.2.3. Приготовление эмульсии из кислого эмульсола на дистиллированной воде

В цилиндр наливают 1,1 %-ный водный раствор углекислого натрия (X), количество которого в граммах вычисляют по формуле

$$X = m \cdot KЧ \cdot 0,5,$$

где m — масса эмульсола, г;

$KЧ$ — кислотное число эмульсола, мг КОН на 1 г эмульсола;

0,5 — коэффициент избытка углекислого натрия.

Далее эмульсию готовят по п. 2.1.2 настоящего стандарта.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.1.2.4. Подготовка пластин

Пластинку из чугуна обрабатывают до шероховатости поверхности Ra параметрами от 2,5 до 0,63 мкм по ГОСТ 2789, затем зачищают шлифовальной шкуркой (в одном направлении) и протирают несколько раз ватой, смоченной спиртом. После того, как спирт полностью испарится, пластинку кладут на стол в горизонтальном положении.

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001 (здесь и далее).

2.1.3. Проведение испытания

Трубку с оттянутым концом или пипетку промывают два раза испытуемой эмульсией, после этого снова наполняют ее эмульсией и наносят на пластинку пять капель на таком расстоянии друг от друга, чтобы они не сливались одна с другой.

Пластинку выдерживают на рассеянном свете в течение 4 ч при температуре $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$ в помещении с нормальной влажностью (50 % — 65 % относительной влажности) и отсутствием паров кислот и агрессивных газов (хлора, сероводорода и др.) или в эксикаторе, соединенном с атмосферой.

По истечении 4 ч, независимо от того, высохли капли или нет, пластинку вытирают ватой, смоченной спиртом, и проверяют изменение поверхности на местах нахождения капель эмульсии.

Пластинку осматривают при дневном свете, располагая пластинку горизонтально между источником света и наблюдателем, ниже световой оси.

Пластинку осматривают вдоль и перпендикулярно направлению зачистки.

Допускается в виде исключения осматривать пластинки при освещении лампой дневного света.

Эмульсия считается коррозионно-агрессивной, если две или более капель ее вызвали потемнение металла (сплошное или в виде отдельных точек).

Если потемнение вызвано лишь одной из пяти капель, испытание повторяют. Если при повторном определении вновь обнаруживается потемнение пластинки хотя бы под одной каплей, эмульсию считают коррозионно-агрессивной.

2.2. Определение коррозионной агрессивности эмульсии, приготовленной на жесткой воде методом контактных пар

2.1.3; 2.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2.1. Аппаратура, материалы и реактивы

2.2.1.1. Для определения коррозионной агрессивности эмульсии применяют:

гигрометрический психрометр бытовой, типа ПБ-1Б или ПБ-1БМ, или любой другой с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками;

сосуд СП-20 или СЦ-20 по ГОСТ 25336;

подставку для пластин (подставка для пробирок пластмассовая или вставка для эксикатора фарфоровая по ГОСТ 9147);

пластинку из стали марки 10 по ГОСТ 1050, размером $115 \times 50 \times 4,5$ —5 мм;

стружку из серого чугуна по ГОСТ 1412, марки СЧ 18—36 или СЧ 21—40 общего назначения, имеющую форму незамкнутой петли, длиной (в развернутом виде) 3—7 мм, шириной 2—5 мм, толщиной 0,4—0,5 мм;

пипетку по НТД, вместимостью 2 см³;

чашку фарфоровую 4 или 5 по ГОСТ 9147;

шпатель фарфоровый или фарфоровую лодочку по ГОСТ 9147;

лупу с 6—8 \times увеличением для осмотра пластинок и стружки при подготовке к испытанию;

шкурку шлифовальную на бумажной основе по ГОСТ 10054, зернистостью абразивного материала 3 или 4;

эксикатор 2—140 или эксикатор 2—190 по ГОСТ 25336;

весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

бумагу фильтровальную по ГОСТ 12026;

вату гигроскопическую по ГОСТ 5556;

пинцет;

кальций хлористый чистый обезвоженный по ТУ 6—09—4711;

магний сернистый по ГОСТ 4523, семиводный;

нефрасы С2—80/120 или С3—80/120 по ТУ 38.401—67—108;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 высшего сорта;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

2.2.2. Подготовка к испытанию

2.2.2.1. Приготовление эмульсии из эмульсолов на жесткой воде

Для приготовления эмульсии применяют воду общей жесткостью 2 или 7 мг · экв/дм³. Жесткость воды предусматривают в нормативно-технической документации на эмульсол.

Для приготовления воды общей жесткостью 2 мг · экв/дм³ растворяют 171 мг семиводного сернистого магния и 35 мг безводного хлористого кальция в 1 дм³ дистиллированной воды.

Для приготовления жесткой воды общей жесткостью $7 \text{ мг} \cdot \text{экв/дм}^3$ растворяют 600 мг семи-водного сернистого магния и 124 мг безводного хлористого кальция в 1 л дистиллированной воды.

В цилиндр вместимостью 100 см^3 помещают эмульсол, подготовленный по п. 1.2, массой, равной процентному содержанию его в эмульсии, предусмотренной нормативно-технической документацией, добавляют 50 см^3 воды заданной жесткости, закрывают пробкой и встряхивают 5—6 раз. Затем доводят водой заданной жесткости до 100 см^3 и тщательно взбалтывают до получения однородной эмульсии, которую выдерживают в состоянии покоя при температуре $(20 \pm 5) \text{ }^\circ\text{C}$ в течение 30 мин.

Стальные пластинки обрабатывают до шероховатости поверхности *Ra* параметрами от 0,63 до 0,16 мкм по ГОСТ 2789.

Обработанные пластинки промывают нефрасом С2—80/120 или С3—80/120 и хранят в эксикаторе. Перед применением пластинки дополнительно зачищают шкуркой 3 или 4, а затем тщательно протирают ватой, смоченной этиловым спиртом, и сушат на воздухе при температуре $(20 \pm 5) \text{ }^\circ\text{C}$.

Пластинки необходимо брать фильтровальной бумагой, не допускается касаться руками больших поверхностей обработанных пластинок.

Подготовленные пластинки рассматривают в лупу, на пластинках не должно быть коррозии, разводов и других дефектов.

Чугунную стружку применяют без дополнительной обработки, но перед применением рассматривают в лупу, на чугунной стружке не должно быть коррозионных очагов.

Чугунную стружку можно хранить в закрытой банке не более двух недель.

В четырехугольный стеклянный сосуд наливают дистиллированную воду на высоту около 1 см. На дно сосуда опускают подставки и закрепляют психрометр или гигрометр.

Четыре порции чугунной стружки по 2,5 г каждая взвешивают с погрешностью не более 0,01 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

2.2.3. Проведение испытания

С помощью фарфорового шпателя размещают чугунную стружку на двух стальных пластинках по две порции на каждую пластинку и смачивают каждую порцию 2 см^3 эмульсии. Порции стружки должны быть расположены так, чтобы они не соприкасались между собой. Эмульсия, нанесенная на соседние порции, не должна смешиваться.

Помещают пластинки в четырехугольный сосуд, герметически закрывают его крышкой и выдерживают при температуре $(20 \pm 5) \text{ }^\circ\text{C}$ и относительной влажности 95 % — 97 % в течение времени, установленного нормативно-технической документацией на эмульсол.

Через каждые 24 ч проводят корродирующее действие эмульсии на стальные пластинки и чугунную стружку.

По истечении указанного срока испытания тщательно осматривают стружку, удаляют ее, поверхность пластины промывают спиртом и тоже осматривают.

Эмульсия считается выдержавшей испытание при отсутствии сплошной или точечной коррозии на стружке и пластинке.

Если точечная (3—4 точки) коррозия обнаружена на одной порции стружки или пластинке, испытание повторяют.

Если при повторном испытании вновь обнаруживается коррозия хотя бы на одной порции стружки или пластинке, эмульсия считается коррозионно-агрессивной.

Метод рекомендуется использовать при разработке новых эмульсолов.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2а. Ускоренный метод определения коррозионной агрессивности эмульсии, приготовленной на жесткой воде методом контактных пар

2.2а.1. Аппаратура, материалы и реактивы — по п. 2.2.1.

2.2а.2. Подготовка к испытанию — по п. 2.2.2.

2.2а.3. Проведение испытания — по п. 2.2.3 со следующими дополнениями:

1. Смачивание стружки и пластины проводить в течение 10 мин с последующим удалением жидкости фильтровальной бумагой.

2. Герметически закрытый крышкой четырехугольный сосуд с пластинами выдерживают при температуре $(20 \pm 5) \text{ }^\circ\text{C}$ и относительной влажности 95 % — 97 % в течение 3—24 ч (время выдерживания эмульсола устанавливается в нормативно-технической документации на эмульсол в зави-