МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 6614— 2013

НЕФТЕПРОДУКТЫ

Определение способности нефтяных масел и синтетических жидкостей отделяться от воды

(ISO 6614:1994, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский центр стандартизации, информации и сертификации сырья, материалов и веществ» (ФГУП «ВНИЦСМВ») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 44-2013 от 14 ноября 2013 г.)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 6614:1994 Petroleum products. Determination of water separability of petroleum oils and synthetic fluids (Нефтепродукты. Определение способности к отделению от воды нефтяных масел и синтетических жидкостей).

Международный стандарт разработан Техническим комитетом по стандартизации ISO/TC 28 «Нефтепродукты и смазочные материалы» Международной организации по стандартизации (ISO).

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и международных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5—2001 (подраздел 3.6).

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам приведены в дополнительном приложении Д.А.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

5 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 713-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 6614—2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 01 января 2015 г.

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2014

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

НЕФТЕПРОДУКТЫ

Определение способности нефтяных масел и синтетических жидкостей отделяться от воды

Petroleum products. Determination of the demulsification ability of petroleum oils and synthetic fluids

Дата введения — 2015—01—01

Предупреждение – Применение настоящего стандарта может быть связано с использованием опасных материалов, операций и оборудования. В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех проблем безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за установление соответствующих мер по технике безопасности и охране здоровья, а также определяет возможности применения законодательных ограничений перед его применением.

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения способности нефтяных масел и синтетических жидкостей отделяться от воды (деэмульсации) при заданной температуре.

Примечание 1 – Испытания проводят при температуре (54 ± 1) °С, для продуктов с вязкостью более 90 мм^2/с при температуре 40 °С температуру можно увеличить до (82 ± 1) °С. Также можно проводить испытания при других значениях температуры.

Данный метод был разработан специально для турбинных масел вязкостью от 32 до 95 мм^2/с при температуре 40 °С, его можно использовать для определения способности к отделению от воды масел разных типов и диапазонов вязкости, а также синтетических жидкостей.

Метод может быть непригоден для продуктов с высокой вязкостью, для которых возможно недостаточное перемешивание масла и воды.

Примечание 2 – Идентичную процедуру используют для синтетических жидкостей плотностью не менее 1000 кг/м^3 при температуре 15 °С, при этом следует отметить, что вода, как правило, находится над эмульсией или жидкостью.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные документы. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного документа.

ISO 3170:1988* Petroleum liquids – Manual sampling (Нефтепродукты жидкие. Ручной отбор проб)

ISO 3171:1988 Petroleum liquids – Automatic pipeline sampling (Нефтепродукты жидкие. Автоматический отбор проб из трубопроводов)

ISO 3696:1987 Water for analytical laboratory use – Specification and test methods (Вода для лабораторного анализа. Спецификация и методы испытаний)

ISO 4788:1980** Laboratory glassware – Graduated measuring cylinders (Лабораторная стеклянная посуда. Градуированные мерные цилиндры)

ISO 7120:1987 Petroleum products and lubricants – Petroleum oils and other fluids – Determination of rust-preventing characteristics in the presence of water (Нефте-продукты и смазки. Нефтяные масла и другие жидкости. Определение противокоррозионных характеристик в присутствии воды)

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального

* Действует ISO 3170:2004.

** Действует ISO 4788:2005.

агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **способность к отделению от воды** (water separability): Способность нефтяных масел или синтетических жидкостей отделяться от воды при заданной температуре, которая выражается цифровым кодом, определяемым в соответствии с настоящим стандартом, содержащим соответствующие объемы масла, воды и эмульсии, а также время (в скобках) и описание внешнего вида каждого слоя в соответствии с приложением А.

4 Сущность метода

В мерном цилиндре при температуре испытания перемешивают в течение 5 мин 40 $см^3$ образца нефтяного масла или синтетической жидкости и 40 $см^3$ дистиллированной воды. Регистрируют время, необходимое для разделения образовавшейся эмульсии. Если после выдерживания в течение 1 ч не происходит полного разделения, регистрируют полученные объемы масла (или жидкости), воды и эмульсии.

5 Реактивы

5.1 Вода квалификации ч. д. а. класса 3 по ISO 3696. Для арбитражных испытаний используют дистиллированную воду с удельной электрической проводимостью не более 10^{-4} См/м при температуре 25 °С.

5.2 Очищающий растворитель, полностью смешивающийся с испытуемым материалом.

Для синтетических жидкостей используют низкокипящий растворитель в зависимости от испытуемого материала.

Примечание 3 – Для нефтяных масел пригоден нефтяной растворитель или пентан.

5.3 Ацетон чистотой не менее 99 %.

5.4 Очищающий раствор хромсерной кислоты или очищающий раствор сильно окисляющей кислоты, не содержащей хрома[1)].

Предупреждение – Хромсерная кислота опасна для здоровья. Она токсична, является канцерогеном, так как содержит соединения хрома (VI), коррозионно-активная и потенциально опасна при контакте с органическими веществами. При использовании чистящего раствора хромсерной кислоты необходимо использовать защитную одежду и очки. Нельзя всасывать хромсерную кислоту в пипетку ртом. После использования чистящие растворы не сливают в отверстие для стоков, а нейтрализуют с большой осторожностью из-за присутствия концентрированной серной кислоты и утилизируют в соответствии со стандартными процедурами для токсичных лабораторных отходов (хром очень опасен для окружающей среды).

Не содержащие хром сильно окисляющие чистящие растворы также являются коррозионно-активными и потенциально опасными при контакте с органическими веществами, но не содержат хром, для которого требуются особые процедуры утилизации.

5.5 Искусственная морская вода или 1% масс. раствор хлорида натрия (NaCl) в воде (5.1), или искусственная морская вода по ISO 7120.

[1)] При использовании горячего раствора Нохромикс® или выдержанного в течение 24 ч раствора Микро® получают результаты, сопоставимые с результатами, полученными при использовании хромсерной кислоты. Нохромикс® и Микро® - примеры имеющихся в продаже, не содержащих хром, продуктов. Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта, а не в качестве поддержки этой продукции ISO. Можно использовать аналогичную продукцию, при условии получения эквивалентных результатов.

6 Аппаратура

Используют обычную лабораторную аппаратуру, а также по 6.1 – 6.4.

6.1 Мерный цилиндр вместимостью 100 $см^3$, соответствующий ISO 4788, предпочтительно из жаропрочного стекла. Внутренний диаметр должен быть не менее 27 мм и не более 30 мм по всей высоте, измеренной от верха до точки, находящейся на расстоянии 6 мм от дна цилиндра.

6.2 Баня для нагревания с размерами, позволяющими погружение не менее двух испытательных цилиндров в жидкость бани до отметки 85 $см^3$, обеспечивающая поддержание температуры в пределах 1 °С (см. примечание 1). Баня должна быть оснащена зажимами, надежно удерживающими цилиндры при перемешивании так, чтобы продольная ось мешалки (6.3) соответствовала вертикальной оси цилиндра.

Примечание 4 – Предпочтительно использовать баню со стеклянным корпусом, т. к. это позволит регистрировать высоту образующихся слоев, не извлекая цилиндр из бани.

6.3 Лопастная мешалка из хромированной или нержавеющей стали следующих размеров:

длина, мм ..... 120,0 ± 1,5;
ширина, мм ..... 19,0 ± 0,5;
толщина, мм..... от 1,5 до 1,6.

Мешалку устанавливают на вертикальный вал из аналогичного металла диаметром приблизительно 6 мм, подключенный к приводному механизму, вращающему лопасть со скоростью (1500 ± 15) об/мин. При опускании мешалки в цилиндр, закрепленный в бане, конструкция устройства должна обеспечивать фиксирование упора мешалки на расстоянии 6 мм от нижнего края лопасти до дна цилиндра.

Во время работы мешалки нижний край лопасти должен отклоняться не более чем на 1 мм от оси вращения.

Цилиндр очищают при отключенной и поднятой вертикально мешалке.

6.4 Стеклянный стержень, покрытый устойчивым к воздействию испытуемого масла или жидкости материалом, например, резиной.

7 Отбор проб

Образцы отбирают по ISO 3170, ISO 3171 или эквивалентным национальным стандартам. Пробы для испытания получают после тщательного перемешивания образца, при необходимости используя механические средства перемешивания.

8 Подготовка аппаратуры

8.1 Очищают мерный цилиндр (6.1), удаляя пленку масла (или жидкости) очищающим растворителем (5.2), затем ацетоном (5.3) и водопроводной водой. Полностью погружают цилиндр в моющий раствор хромсерной кислоты (5.4). При необходимости раствор нагревают до температуры не выше 50 °С. Тщательно промывают водопроводной водой, затем водой по 5.1.

8.2 Очищают мешалку (6.3) и вал гигроскопической ватой или тканью, смоченной очищающим растворителем (5.2), и сушат потоком воздуха. При очистке следует соблюдать осторожность, чтобы не деформировать лопасть и не сместить настройку мешалки.

9 Проведение испытания

9.1 Нагревают воду (5.1) или искусственную морскую воду (5.5), если продукт предназначен для применения на море, до температуры испытания и наливают ее в мерный цилиндр (6.1) до отметки 40 $см^3$. Нагревают образец масла или жидкости до такой же температуры и наливают в цилиндр до отметки 80 $см^3$. Помещают цилиндр в нагревательную баню (6.2) до отметки на цилиндре не менее 85 $см^3$ и выдерживают до установления температурного равновесия с баней.

Примечание 5 – Для нагревания образца до температуры испытания достаточно 20 мин.

9.2 Закрепляют цилиндр (6.1) непосредственно под перемешивающей лопастью (6.3). Опускают мешалку в цилиндр на необходимую глубину до упора.

Мешалку (6.3) и секундомер включают одновременно и перемешивают 5 мин при частоте вращения (1500 ± 15) об/мин. Затем выключают мешалку, вынимают ее из мерного цилиндра, оставляя

над цилиндром.

Стеклянной палочкой (6.4) снимают жидкость с лопасти в цилиндр. Вынимают цилиндр из зажимов и аккуратно перемещают его в другую часть бани.

9.3 Через 5 мин замеряют объемы слоев масла (или жидкости), воды и эмульсии через корпус прозрачной бани или вынимая цилиндр из бани.

9.4 Регистрируют время (с 5-минутными интервалами), необходимое для снижения объема эмульсии до 3 $см^3$ или менее. Если через 1 ч после окончания перемешивания объем эмульсии превышает 3 $см^3$, испытание прекращают и регистрируют объемы масла, воды и эмульсии в кубических сантиметрах.

9.5 Внешний вид каждого слоя и каждой поверхности раздела должен быть описан в соответствии с приложением А.

10 Оформление результатов

Результаты испытания выражают цифровым кодом (см. 9.3 – 9.5), как показано в примерах в следующей последовательности: объемы масла, воды, эмульсии и время (в скобках). Максимальный объем слоя масла составляет 43 $см^3$. Добавляют шифр в соответствии с приложением А, например, b) a) b) b).

Способность отделяться от воды	Описание результата
40–40–0 (20)	Полное разделение произошло за 20 мин. В течение 15 мин оставалось более 3 $см^3$ эмульсии.
39–38–3 (20)	Полного разделения не произошло, но объем эмульсии уменьшился до 3 $см^3$, поэтому испытание было прекращено.
39–35–6 (60)	Более 3 $см^3$ эмульсии оставалось после 60 мин, т.е. 39 $см^3$ масла, 35 $см^3$ воды и 6 $см^3$ эмульсии.
43–37–0 (30)	Объем слоя эмульсии уменьшился до 3 $см^3$ или менее после 30 мин. Слой эмульсии после 25 мин превышал 3 $см^3$, например, 0–36–44 или 43–33–4.

11 Прецизионность

Прецизионность метода, полученная при статистическом анализе результатов межлабораторных испытаний, следующая.

11.1 Повторяемость

Расхождение между результатами последовательных испытаний, полученными одним и тем же оператором с использованием одной и той же аппаратуры при постоянных рабочих условиях на идентичном исследуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении процедуры в соответствии с данным методом испытания, может превысить значения, указанные на рисунке 1, только в одном случае из 20.

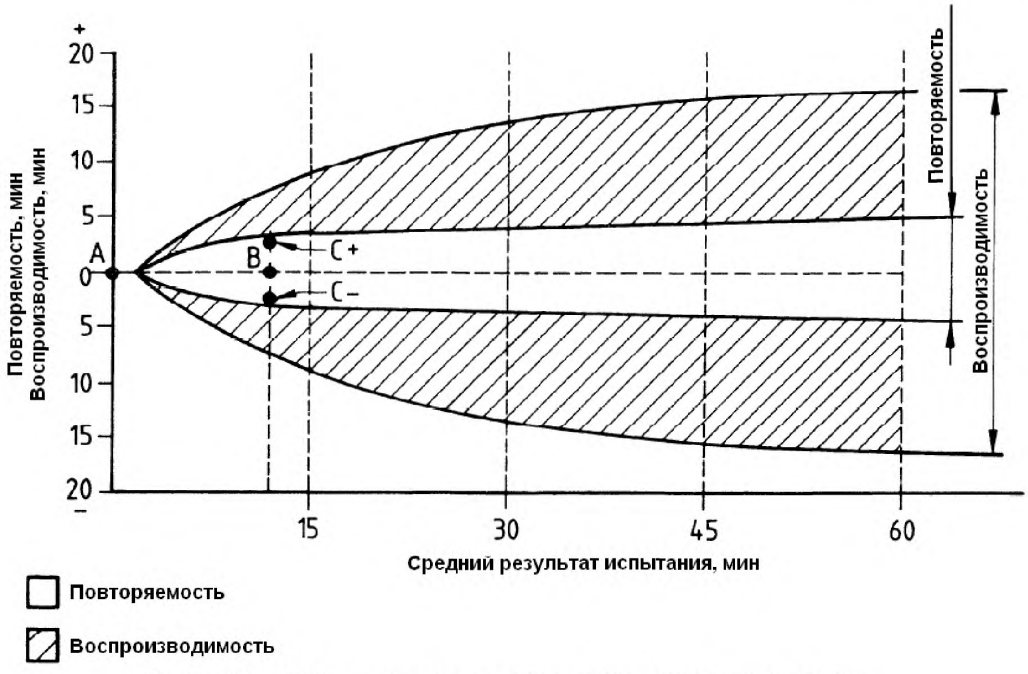

Рисунок 1 – Диаграмма определения прецизионности испытания

Использование диаграммы.

Вычисляют средний результат испытания в минутах. Перемещаются от точки А на оси ординат вправо в точку В по оси абсцисс. Вычисляют и наносят на диаграмму точки отклонения С+ и С- от среднего значения результата испытания. Если точки отклонения попадают в область повторяемости, результаты расположены в пределах прецизионности испытания.

Пример – Масло имеет значения 40–40–0 (10 мин) и 40–40–0 (15 мин). Средний результат испытания составляет 12,5 мин (В), отклонение от среднего значения +2,5 (С+) и -2,5 (С-). Эти точки попадают в область повторяемости.

Эту диаграмму можно использовать для определения воспроизводимости при участии разных лабораторий.

11.2 Воспроизводимость

Расхождение между результатами двух единичных и независимых результатов испытаний, полученных разными операторами в разных лабораториях на идентичном исследуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении процедуры в соответствии с данным методом испытания, может превысить значения, указанные на рисунке 1, только в одном случае из 20.

Примечание 6 – Прецизионность метода была получена при статистическом анализе результатов межлабораторных испытаний турбинного масла вязкостью от 32 до 95 мм^2/с при температуре 40 °С.

12 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

a) тип и полную идентификацию испытуемого нефтепродукта;

b) обозначение настоящего стандарта;

c) температуру проведения испытания и используемый водный раствор по 5.5 (при использовании);

d) результат испытания, оформленный в соответствии с разделом 10;

e) отклонение от методики настоящего стандарта;

f) дату проведения испытания.

Приложение А
(обязательное)

Стандартизованные описания слоев эмульсии, масла (или жидкости) и воды и их поверхностей раздела

А.1 Описание слоев

Описывают внешний вид каждого слоя следующим образом.

А.1.1 Слой масла (или жидкости)

a) прозрачный;
b) помутневший;
c) мутный (молочный).

А.1.2 Слой воды

a) прозрачный;
b) узорчатый и/или с пузырьками;
c) помутневший;
d) мутный (молочный).

А.1.3 Слой эмульсии

a) рыхлый и узорчатый;
b) мутный (молочный);
c) пенообразный.

А.2 Описание поверхностей раздела

Описывают внешний вид поверхностей раздела масло/эмульсия и вода/эмульсия следующим образом.
a) четко выраженная, резкая;
b) слабовыраженная, с пузырьками;
c) слабовыраженная, узорчатая.

А.3 Пояснение к описанию терминов

Помутневший слой является прозрачным, мутный – непрозрачным.

Принципиальное отличие между мутной и пенообразной эмульсией в том, что мутная эмульсия может быть нестабильной, пенообразная эмульсия имеет густую консистенцию и может быть достаточно стабильной. Мутная эмульсия легко вытекает из наклоненного цилиндра, пенообразная эмульсия – не вытекает.

Узорчатый слой – слой, в котором небольшое количество масла находится во взвешенном состоянии в фазе, состоящей в основном из воды, в результате чего появляется эффект плетения или марли.

Приложение Д.А
(справочное)

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам

Таблица Д.А.1

Обозначение и наименование международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
ISO 3170:2004 Нефтепродукты жидкие. Ручной отбор проб	–	*
ISO 3171:1988 Нефтепродукты жидкие. Автоматический отбор проб из трубопроводов	–	*
ISO 3696:1987 Вода для лабораторного анализа. Спецификация и методы испытаний	–	*
ISO 4788:2005 Лабораторная стеклянная посуда. Градуированные мерные цилиндры	–	*
ISO 7120:1987 Нефтепродукты и смазки. Нефтяные масла и другие жидкости. Определение противокоррозионных характеристик в присутствии воды	–	*
*Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного стандарта. Перевод данного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.		

УДК 665.76:620.162:006.354 МКС 75.080 IDT

Ключевые слова: нефтепродукты, нефтяные масла, синтетические жидкости, способность отделяться от воды

Подписано в печать 01.09.2014. Формат 60x84 1/8.

Усл. печ. л. 1,40. Тираж 37 экз. Зак. 4034

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru