



БИОПОЛИМЕР

МЕТОДИКА

проведения лабораторных испытаний
по разложению отработанной
смазочно-охлаждающей жидкости (СОЖ)

1. Область применения

Настоящая методика устанавливает порядок проведения лабораторных испытаний по эффективности технологии разложения отработанных смазочно-охлаждающих жидкостей (СОЖ) при использовании реагентов Аквалалент®.

Методика распространяется на все виды жидких многокомпонентных систем, предназначенных для смазки и охлаждения металлообрабатывающих инструментов и деталей:

- масляные (нефтяные или синтетические масла и их смеси, расплавы металлов, солей и других веществ);
- водосмешиваемые (эмульсионные, синтетические и полусинтетические).

2. Принцип метода

Данная методика отражает порядок технологии разделения отработанной СОЖ в лабораторных условиях с использованием реагентов Аквалалент®. Описанная технология включает в себя пять этапов.

Первый этап – под действием введенного флокулянта Аквалалент® А1151 происходит капсулирование масел и нефтепродуктов, а также образование стабильных нерастворимых соединений.

Второй этап – под действием введенного коагулянта Аквалалент® СА-А2-01 происходит дестабилизация коллоидной системы за счёт нейтрализации поверхностных зарядов частиц.

Третий этап – под действием введенного флокулянта Аквалалент® К3301 происходит слипание дестабилизированных частиц и образование хлопьевидных скоплений – флокулов.

Четвертый этап – отстаивание, при котором происходит разделение на воду и осадок.

Пятый этап – удаление осадка путем фильтрования через фильтровальную ткань (ленточный фильтр).

3. Порядок проведения испытаний

- рН-метр любого типа, обеспечивающий измерение рН с допустимой абсолютной погрешностью $\pm 0,05$ единиц рН;
- портативные весы III класса точности с ценой деления 0,01 г с пределом взвешивания 100 г;
- магнитное перемешивающее устройство IKAMini MR standard с частотой вращения якоря от 0 до 2500 об/мин;
- портативный мутномер HACH 2100Q или АМТ27;
- концентратомер КН-2М;
- стаканы лабораторные вместимостью 100, 250, 500 и 1000 см³ по ГОСТ 25336-82;
- стеклянные лабораторные палочки;
- пипетка стеклянная лабораторная 1-2-2-25 или других типов и исполнений по ГОСТ 29228-82;
- шприцы дозирочные объемом 1, 3, 5, 10 и 20 см³ по ГОСТ ISO 7886-1-2011;
- универсальная индикаторная бумага;
- фильтровальная ткань с размером ячейки 50 мкм;
- Стандартные образцы мутности, изготовленные из формазивной суспензии с номинальным значением мутности 200, 500, 1000 FNU, входящих в комплект прибора;
- концентрированная минеральная кислота (соляная, азотная, серная);
- каустическая сода по ГОСТ Р 55064-2012;
- флокулянт Аквалалент® А1151;
- флокулянт Аквалалент® К3301 или его аналог;
- коагулянт Аквалалент® СА-А2-01.

Для определения массовых концентраций нефтепродуктов в пробе воды используются оборудование и материалы, указанные в ПНДФ Ф14.1.272-2012 «Методика (метод) измерений массовой концентрации нефтепродуктов в пробах сточных вод методом ИК-спектрофотометрии с применением концентраторов серии КН».

Допускается применять другие средства измерений, вспомогательные устройства и реактивы с метрологическими и техническими характеристиками не ниже указанных в настоящей методике.

4. Обработка результатов

4.1 Приготовление 0,1%-ного водного раствора флокулянта Аквалалент® К3301

В мерный стакан вносят 99,9 см³ водопроводной воды и размешивают на магнитной мешалке так, чтобы образовалась V-образная воронка. Предварительно взвешенные 0,1 г сухого порошка флокулянта Аквалалент® К3301 аккуратно вводят в центр водяной воронки таким образом, чтобы гранулы находились в воде отдельно друг от друга и не прилипали к стенкам стакана.

После дозирования порошка флокулянта Аквалалент® К3301 скорость вращения мешалки снижают до 600 об/мин. Растворение Аквалалент® К3301 проводят в течение 40 минут. Для приготовления большего объема раствора необходимо пропорционально увеличить массу сухого порошка Аквалалент® К3301 и объем воды.

4.2 Приготовление 10%-ного рабочего раствора коагулянта Аквалалент® СА-А2-01

В мерный стакан на 100 см³ вносят предварительно взвешенную на весах навеску 10,0 г коагулянта Аквалалент® СА-А2-01 и 90,0 см³ водопроводной воды. Ставят раствор перемешивать на магнитной мешалке до полного растворения навески. Для приготовления большего объема раствора необходимо пропорционально увеличить массу сухого порошка коагулянта Аквалалент® СА-А2-01 и объем воды.

4.3 Приготовление 46 %-ного рабочего раствора каустической соды

В мерный термостойкий стакан объемом 250 см³ приливают 100 см³ водопроводной воды.

Стакан помещают на магнитную мешалку и начинают перемешивание. Предварительно взвешенную навеску каустической соды 92 г вводят в центр водяной воронки. Перемешивание осуществляют до полного растворения навески. После охлаждения раствора доводят его объем водопроводной водой до 200 см³.

4.4 Подготовка пробы СОЖ

Для проведения одного эксперимента по разложению СОЖ тщательно перемешивают исходную пробу и отбирают её часть в мерный стакан объемом 1000 см³.

4.5 Градуировка мутномера

Подготавливают прибор и проводят его градуировку в соответствии с инструкциями изготовителя.

Если порядок градуировки не прописан в руководстве (инструкции) по эксплуатации прибора, то для градуировки используют в качестве холостой пробы воду, имеющую значение мутности не более 0,2 FNU

и не менее трех градуировочных растворов (суспензий) формазина, имеющих значения мутности, равномерно расположенные в рабочем диапазоне от 100 до 1000 FNU.

Контроль стабильности градуировочной характеристики осуществляют не реже одного раза в месяц.

5. Выполнение измерений

5.1 Дестабилизация эмульсии

Если предоставленная заказчиком СОЖ представляет стойкую эмульсию (не наблюдается видимого расслоения дисперсных фаз), то в технологию разложения добавляют стадию дестабилизации исходной СОЖ минеральной кислотой (соляной, азотной, серной).

Используя портативный pH-метр или универсальную индикаторную бумагу, доводят pH исследуемой СОЖ до значений 3,0-4,0 путем добавления по каплям минеральной кислоты.

5.2 Дозирование флокулянта Аквалалент® А1151

Рекомендуемая дозировка флокулянта Аквалалент® А1151 составляет от 0,5 до 3 см³ на 1 дм³ обрабатываемой СОЖ. При перемешивании пробы СОЖ объемом 1 дм³ с частотой 200 об/мин вносят от 0,5 см³ раствора флокулянта Аквалалент® А1151 в обрабатываемую пробу, перемешивают в течение 60-120 секунд.

После окончания перемешивания пробы должна образоваться мелкая взвесь по всему её объёму.

Если после внесения рекомендуемого объема флокулянта видимых изменений не происходит, то следует последовательно увеличивать объем вводимого флокулянта с шагом 0,5 см³ до начала видимых изменений, но не более 3,0 см³. Свыше 3,0 см³ флокулянт следует дозировать с шагом 1 см³ до видимых изменений или до дозировки 12 см³ на 1 дм³.

Расход флокулянта Аквалалент® А1151 свыше 12 см³ на 1 дм³ является экономически не целесообразным. В таком случае рекомендуется прекращение испытания.

5.3 Дозирование коагулянта Аквалент® СА-А2-01

Рекомендуемая дозировка рабочего раствора коагулянта Аквалент® СА-А2-01 составляет от 0,5 до 15 см³ на 1 дм³ обрабатываемой СОЖ. Оптимальный дозируемый объем коагулянта Аквалент® СА-А2-01 для обработки СОЖ подбирают эмпирически. Начинать подбор следует с минимальной рекомендуемой дозировки 0,5 до 15 см³. После дозирования флокулянта Аквалент® А1151 по пункту 5.2 при перемешивании 200 об/мин вносят 0,5 см³ рабочего раствора коагулянта Аквалент® СА-А2-01 в пробу обрабатываемой СОЖ, перемешивают пробу в течение 60 секунд.

Если после внесения рекомендуемого объема коагулянта Аквалент® СА-А2-01 не происходит укрупнение взвешенных частиц, рекомендуется последовательно увеличивать объем вводимого коагулянта Аквалент® СА-А2-01 с шагом 1,0 см³ до укрупнения взвешенных частиц, но не более 30 см³.

Если после окончания перемешивания наблюдается укрупнение взвешенных частиц, дозировка коагулянта Аквалент® СА-А2-01 считается оптимально подобранной.

Если при дозировке коагулянта Аквалент® СА-А2-01 до 30 см³ не произошло видимого эффекта, рекомендуется прекращать опыт в силу высоких экономических затрат на Аквалент® для разложения СОЖ.

5.4 Дозирование флокулянта Аквалент® К3301

Рекомендуемые диапазоны дозровок рабочих растворов флокулянта Аквалент® К3301: от 0,5 до 10 см³ на 1 дм³ обрабатываемой СОЖ. Оптимальный дозируемый объем флокулянта Аквалент® К3301 для обработки СОЖ подбирают эмпирически. Начинать подбор следует с минимальной рекомендуемой дозировки 0,5 см³. После проведения процедур, описанных в п. 5.1-5.3, при перемешивании 200 об/мин вносят рабочий раствор Аквалент® К3301 и осуществляют перемешивание в течение 15-20 секунд, после чего скорость перемешивания снижают до 20-40 об/мин и продолжают перемешивание в течение 2-5 минут до образования крупных хлопьев.

Если после внесения рекомендуемого объема Аквалент® К3301 укрупнения хлопьев не происходит, рекомендуется последовательно увеличивать объем вводимого флокулянта Аквалент® с шагом 1,0 см³ до укрупнения хлопьев, но не более 10,0 см³.

Если после окончания перемешивания происходит агломерация взвешенных веществ и образуются крупные флокулы в течение 3-10 минут, то дозировки реагентов считаются оптимальными.

Если образуются мелкие хлопья или хлопьеобразование не происходит, то вероятными причинами могут быть:

- Неправильно подобранные дозировки реагентов. Для корректировки следует начать с минимальных дозровок: коагулянта Аквалент® СА-А2-01 – 0,5 см³/дм³, флокулянта Аквалент® К3301 – 0,5 см³/дм³ и последовательно увеличивать вводимые объемы рабочих растворов реагентов, коагулянта Аквалент® СА-А2-01 до не более 30 см³, флокулянта Аквалент® К3301 до 100 см³ (см п. 5.2, 5.3).
 - Неоптимальная величина pH. Для корректировки pH следует в обрабатываемую СОЖ перед этапом дозирования флокулянта Аквалент® К3301 ввести раствор каустической соды (46 %-ный раствор), либо кислоты до достижения нейтрального значения (pH = 7±0,5).
 - Недостаточное время перемешивания. Для устранения следует дополнительно увеличить время перемешивания реагентов: при дозировании коагулянта Аквалент® СА-А2-01 – 3-4 минуты, при дозировании флокулянта Аквалент® К3301 – 5-10 минут.
- В этом случае следует начать опыт заново с устранением вышеописанных причин.

5.5 Визуальная оценка разделения СОЖ

После отстаивания пробы, обработанной всеми реагентами, в течение 10 минут производят визуальную оценку образовавшегося осадка.

В зависимости от типа СОЖ образовавшийся осадок может всплывать, либо оседать на дно (рисунок 1).

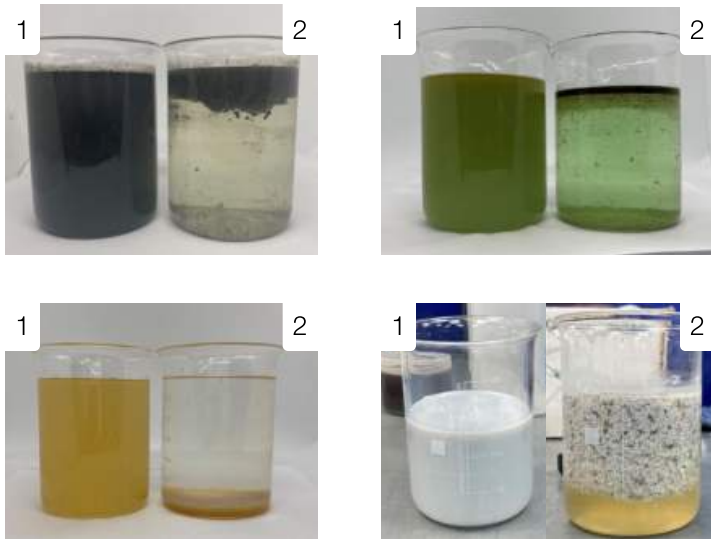


Рисунок 1 – Пример результата успешного разложения реагентами Аквалент® СОЖ:
1 – исходная СОЖ, 2 – СОЖ, обработанная реагентами Аквалент®

5.6 Разделение жидкой и твёрдой фаз

Осветлённую жидкую фазу отделяют от образовавшегося осадка путем фильтрации через фильтровальную ткань. Для установления точного объёма осадка, отделившуюся воду сливают в мерный цилиндр или стакан и фиксируют объём.

5.7 Определение прозрачности жидкой фазы турбидиметрическим методом

С помощью пипетки отбирают 25 см³ осветлённой жидкой фазы. Отобранную алиquotу переносят в стеклянную кювету и производят определение мутности слива при помощи портативного мутномера. Измерение мутности проводят в двух параллелях в соответствии с требованиями руководства (инструкции) по эксплуатации прибора. Значения каждого измерения записывают в рабочий журнал.

За результат измерения мутности FNU_{cp} принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений FNU_1 и FNU_2 в двух алиquotах пробы жидкой фазы, вычисленное по формуле (1):

FNU_1, FNU_2 – значения параллельных измерений мутности, ЕМ/дм³

$$FNU_{cp} = \frac{FNU_1 + FNU_2}{2}$$

(1)

Расчёт содержания взвешенных веществ X в жидкой фазе производят по формуле (2):

FNU – среднее арифметическое значение мутности слива, ЕМ/дм³;
0,58 – содержание 1 FNU согласно ГОСТ 3351-74 п. 5.1, мг/дм³

$$X = FNU_{cp} \times 0,58$$

(2)

5.8 Определение содержания нефтепродуктов жидкой фазе

Содержание нефтепродуктов в жидкой фазе определяют ИК-спектрофотометрическим методом согласно ПНД Ф14.1.272-2012 «Методика (метод) измерений массовой концентрации нефтепродуктов в пробах сточных вод методом ИК-спектрофотометрии с применением концентраторов серии КН».

Результат положительного итога испытаний

Положительный результат испытаний заключается в разделении отработанной СОЖ на две фазы – водную и маслянисто-твёрдую – с последующим разделением через фильтрацию (рисунок 2).

