



**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР**

**ЕДИНАЯ СИСТЕМА ЗАЩИТЫ ОТ КОРРОЗИИ И СТАРЕНИЯ
ИНГИБИТОРЫ КОРРОЗИИ МЕТАЛЛОВ
ДЛЯ ВОДНЫХ СИСТЕМ
МЕТОДЫ КОРРОЗИОННЫХ ИСПЫТАНИЙ
ГОСТ 9.502—82**

Издание официальное

Цена 5 коп.

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ ССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва**

Единая система защиты от коррозии и старения
ИНГИБИТОРЫ КОРРОЗИИ МЕТАЛЛОВ
ДЛЯ ВОДНЫХ СИСТЕМ

Методы коррозионных испытаний

Unified system of corrosion and ageing protection.
Inhibitors of metals corrosion for aqueous systems.
Methods of corrosion tests

ГОСТ
9.502-82

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20 декабря 1982 г. № 4979 срок действия установлен

с 01.01.84

до 01.01.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает методы лабораторных испытаний ингибиторов для оценки эффективности защиты металлов и сплавов от коррозии в водных системах с рН, близким к нейтральной области.

Методы лабораторных испытаний, установленные настоящим стандартом, используются:

для определения защитной способности вновь разрабатываемых ингибиторов;

для получения сравнительной оценки защитной способности различных ингибиторов;

для подбора оптимального ингибитора для среды заданного состава;

для выявления области применения (технологические параметры коррозионной среды: состав, концентрация, температура) одного и того же ингибитора;

для определения степени универсальности одного ингибитора по отношению к различным металлам.

Сравнение защитной способности различных ингибиторов проводят по результатам, полученным при испытании их двумя методами: испытания в статических условиях, испытания в динамических условиях. Испытания проводят в коррозионной среде одинакового состава при одной и той же температуре.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



© Издательство стандартов, 1983

Стандарт не распространяется на ингибиторы для водных систем по защите металлов и сплавов, работающих под напряжением, а также чувствительных к коррозионному растрескиванию, межкристаллитной и расслаивающей коррозии.

1. МЕТОД ИСПЫТАНИЯ ИНГИБИТОРОВ В СТАТИЧЕСКИХ УСЛОВИЯХ

Сущность метода заключается в выдерживании образцов в течение установленного времени в специально приготовленных водных растворах или технологических жидкостях.

1.1. Отбор образцов

1.1.1. Образцами для испытаний служат металлические пластины.

1.1.2. Допускается применение образцов в виде цилиндров, дисков и т. п.

1.1.3. Соотношение площади образца и объема раствора должно быть 1:10.

1.1.4. Образцы из листовых материалов рекомендуется готовить штамповкой для достижения наименьшей деформации образца.

1.1.5. Торцы плоских образцов должны быть отфрезерованы, а кромки — закруглены. Площадь торцевой поверхности не должна превышать 3—5% от общей площади образца.

1.1.6. Образцы должны иметь маркировку: номер в правом нижнем углу, выполненный методом холодной штамповки или электрокарандашом. При невозможности маркировки непосредственно на образце допускается маркировка с помощью ярлыков из инертного материала.

1.1.7. На середине одной из сторон образца целесообразно просверлить отверстие для подвешивания.

1.1.8. Металлы, выбранные для испытания, должны подвергаться термической и поверхностной обработке, которая рекомендована для производственного использования.

1.2. Оборудование

1.2.1. Для проведения коррозионных испытаний в водных системах могут быть использованы аппараты, способные обеспечить стабильное поддержание и правильный контроль за параметрами испытания в соответствии с заданной программой.

1.2.2. Конструкция испытательной установки должна исключать возможность контактной и щелевой коррозии между образцами, а также между стенками установки и образцами.

1.2.3. Испытания проводят в ячейке из коррозионно-стойкого материала, лучше всего из стекла (например, пирекс), снабженной обратным холодильником, обеспечивающим возможность проведения длительных опытов без уменьшения объема жидкости. Конструкция холодильника не должна препятствовать свободной

аэрации раствора. Возможный вариант ячейки приведен в рекомендуемом приложении 1.

1.2.4. Ячейку погружают в водяной термостат, оборудованный охлаждаемой крышкой, в которую вмонтированы гнезда для коррозионных ячеек. Термостат должен обеспечивать стабильную температуру в интервале от 20 до 90°C. Целесообразно для экономии энергии и времени проводить испытания не менее чем в 60 ячейках одновременно.

1.2.5. Для автоматического поддержания заданной температуры термостат должен иметь нагреватель, термомпары, реле.

1.3. Подготовка к испытаниям

1.3.1. Перед испытаниями проводят очистку поверхности образцов от смазки и загрязнений растворителями с последующим обезжириванием и травлением по ГОСТ 17332—71. Не допускается применение хлорсодержащих растворителей.

1.3.2. Образцы обезжиривают органическими растворителями, например, этиловым эфиром или натронной известью. Качество обезжиривания контролируют по ГОСТ 9.402—80.

1.3.3. Образцы из цинковых сплавов подвергают одновременному обезжириванию и травлению в щелочных растворах по ГОСТ 17332—71.

1.3.4. Образцы из алюминиевых сплавов подвергают обезжириванию и травлению по ГОСТ 9.019—74.

1.3.5. В случае невозможности очистки поверхности в соответствии с пп. 1.3.2—1.3.4 допускается обработка в другом порядке: шлифовка, полировка, обезжиривание.

1.3.6. После обезжиривания все операции с образцами проводят пластмассовым пинцетом.

1.3.7. Подготовленный образец выдерживают в эксикаторе с индикаторным силикагелем или хлористым кальцием не менее 24 ч или сушат при температуре $(100 \pm 2)^\circ\text{C}$ в течение 1 ч, охлаждают и взвешивают.

1.4. Проведение испытаний

1.4.1. Подготовленный образец закрепляют в держатель испытательной установки в вертикальном положении.

1.4.2. При испытаниях крепление образцов может изменяться в зависимости от применяемой аппаратуры. При этом должны обеспечиваться изоляция образца от держателя, друг от друга и от стенок установки, а также свободный контакт образца с коррозионной средой.

1.4.3. Для проведения испытаний используют модельные растворы, составы которых приведены в справочном приложении 2, дистиллированную воду по ГОСТ 6709—72, водопроводную воду по ГОСТ 2874—73 и технологические жидкости.

1.4.4. Продолжительность испытаний должна быть достаточной для установления постоянной скорости коррозии, но не менее 10 сут, а для алюминиевых сплавов — 90 сут.

1.4.5. Количество промежуточных съёмов образцов должно быть достаточным для получения графической зависимости «коррозионные потери — время», но не менее четырех.

Количество образцов, испытываемых параллельно, должно быть не менее пяти.

1.4.6. В ходе испытаний должен проводиться строгий контроль за точностью поддержания заданных параметров и составом коррозионной среды (концентрация ингибитора, солей, pH).

1.4.7. В случаях, предусмотренных программой испытаний, в ходе испытаний контролируют концентрацию кислорода в жидкости.

1.4.8. Определение защитной способности вновь разрабатываемых ингибиторов проводят при 25°C.

1.4.9. Сравнительную оценку защитной способности различных ингибиторов проводят при 25 и 70°C.

1.4.10. Температура должна поддерживаться с погрешностью не более $\pm 2^\circ\text{C}$.

1.4.11. Изменение объема жидкости из-за испарения не должно превышать $\pm 1\%$.

1.4.12. Для количественной оценки ингибирующей способности по той же программе проводят испытания в коррозионной среде без добавки ингибитора.

1.4.13. Вынужденные нарушения режима испытаний по температуре должны быть зафиксированы и учитываться при оценке защитных свойств ингибитора. В случае прекращения воздействия жидкой коррозионной среды (попадание образцов на воздух) результаты испытаний считаются недействительными.

1.4.14. При определении защитной способности вновь разрабатываемых ингибиторов, если нет никаких рекомендаций относительно защитных концентраций, целесообразно испытания проводить в 0,001 М растворах.

Если в растворах с испытуемым веществом коррозионные потери окажутся больше чем в воде, дальнейшие испытания не проводят.

1.4.15. При сравнительной оценке ингибиторов концентрация должна быть не менее оптимально защитной для каждого.

1.4.16. При подборе ингибитора для сред заданного состава, если режим испытания не обусловлен заданными технологическими параметрами, испытания проводят при режимах, указанных в пп. 1.4.8; 1.4.9, используя в качестве коррозионной среды жидкость заданного состава.

Оптимальную защитную концентрацию ингибитора находят опытным путем.

1.4.17. При выявлении областей применения ингибитора (влияние минерализации воды) в качестве коррозионной среды как основу используют один из модельных растворов, приведенных в справочном приложении 2.

Испытания проводят, изменяя концентрацию ингибитора и присутствующих в воде солей в широком диапазоне.

Остальные параметры испытаний поддерживают в соответствии с пп. 1.4.8; 1.4.9.

1.4.18. При определении степени универсальности ингибитора металлы и сплавы подвергают испытаниям в дистиллированной, водопроводной воде и в модельных растворах.

Параметры испытаний поддерживают в соответствии с пп. 1.4.8; 1.4.9.

1.5. Обработка результатов

1.5.1. После окончания испытания образцы вынимают из ячейки и проводят визуальную оценку по ГОСТ 17332—71.

1.5.2. После визуальной оценки в случаях, предусмотренных программой испытаний, продукты коррозии снимают неметаллическим шпателем и подвергают качественному и количественному анализу с целью определения концентрации:

оксидов и гидрооксидов основного металла, ионов кальция и магния, хлоридов, сульфидов, карбонатов, катионов, анионов или молекул ингибитора.

1.5.2.1. Если продукты коррозии представляют собой компактные плотно прилегающие пленки, то непосредственно на образце проводят фазовый анализ (рентгенографический, электронно-графический, микроскопический и другие).

1.5.2.2. Допускается для снятия продуктов коррозии применять другие растворы при условии, если они дают съём металла не больше чем растворы, рекомендуемые ГОСТ 17332—71.

1.5.2.3. После химического травления образцы тщательно промывают проточной и дистиллированной водой и просушивают в смеси этилового спирта и эфира (1:1).

1.5.3. Оценку результатов испытаний по изменению массы и по глубине очагов коррозии проводят по ГОСТ 17332—71.

1.5.4. Критериями оценки коррозионного поведения металлов и сплавов могут являться:

изменение внешнего вида;
изменение массы;
время до появления видимых очагов коррозии;
размеры очагов коррозии;
количество очагов коррозии на единицу площади.

1.5.5. В случае равномерной коррозии защитная способность ингибитора (Z) в процентах вычисляется по формуле

$$Z = \frac{\Delta P - \Delta P_1}{\Delta P} \cdot 100,$$

где ΔP — коррозионные потери на образце в коррозионной среде без добавки ингибитора, г;

ΔP_1 — коррозионные потери на образце в коррозионной среде с добавкой ингибитора, г.

1.5.6. Коррозионные потери образца определяют с погрешностью не более $\pm 0,1$ мг. Если защитная способность ингибитора близка к 100%, погрешность должна быть не более $\pm 0,05$ мг.

Запись результатов проводят по форме рекомендуемого приложения 3.

1.5.7. В случае местной коррозии для сравнительной оценки эффективности защиты определяется минимальная концентрация ингибитора, при которой на поверхности образца не возникает пitting.

1.5.8. При обработке результатов испытаний используют метод математической обработки результатов (математическая статистика). Пример статистической обработки коррозионных испытаний дан в справочном приложении 4.

1.5.9. В результате математической обработки рассчитывают и исключают грубые погрешности при определении скорости коррозии, рассчитывают среднюю скорость и среднеквадратичную ошибку. Результат представляют в виде доверительного интервала.

1.5.10. Доверительная вероятность выбирается в зависимости от требований надежности в коррозионном отношении. Для особой надежности доверительная вероятность выбирается 0,95; 0,99. Для большинства коррозионных исследований достаточна доверительная вероятность 0,90 или 0,80.

1.5.11. Отчет по результатам испытаний должен содержать следующие данные:

- химический состав металла и режимы его термообработки;
- точные размеры, форму и площадь образцов и их положение в испытательной камере;
- способ подготовки поверхности;
- схему аппарата для испытаний и объем жидкости;
- число испытанных образцов, условия испытания;
- химический состав коррозионной среды и колебания в составе;
- температуру и ее изменения во время испытания;
- условия аэрации и концентрацию кислорода в растворе;
- скорость и характеристику потока (при динамических испытаниях);

длительность каждой серии испытаний;

метод очистки образцов после испытаний и его возможная погрешность;

количественные данные по результатам испытаний;

фотографии (желательно цветные) образцов: исходного, с продуктами коррозии и после удаления продуктов коррозии.

2. МЕТОД ИСПЫТАНИЯ ИНГИБИТОРОВ В ДИНАМИЧЕСКИХ УСЛОВИЯХ

Сущность метода заключается в выдерживании образцов в специально приготовленных водных растворах или технологических жидкостях в условиях движения жидкости относительно образца.

2.1. Выбор образцов — по п. 1.1.

2.1.1. Кроме указанных, могут применяться образцы в виде частей труб.

2.2. Оборудование

2.2.1. Для проведения динамических испытаний применяют прочные или циркуляционные установки со скоростью потока, соответствующей эксплуатационным условиям.

2.2.2. Циркуляция жидкости должна осуществляться специальным насосом (например, типа НД), способным обеспечить постоянство заданной скорости движения жидкости относительно образца.

2.2.3. Для обеспечения смены образцов без нарушения режима работы установки целесообразно сконструировать специальную обходную петлю.

2.2.4. Циркуляционная установка должна обеспечивать возможность проведения длительных (многосуточных) испытаний при стабильном автоматическом поддержании заданных параметров.

2.2.5. Допускается использование аппаратов, в которых для моделирования потока образцы в виде диска или цилиндра вращаются вокруг своей оси.

2.3. Подготовка к испытаниям — по п. 1.3.

2.3.1. При динамических испытаниях должно быть подробно описано положение образцов в держателе по отношению к потоку.

2.4. Проведение испытаний — по п. 1.4.

2.5. Обработка результатов — по п. 1.5.

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1. При проведении лабораторных испытаний ингибиторов должны соблюдаться требования безопасности по ГОСТ 12.1.007—76, санитарно-гигиенические требования в соответствии с ГОСТ 12.1.005—76 и «Методическими рекомендациями по оздоровлению условий труда в производстве и при применении инги-

биторов атмосферной коррозии металлов и ингибированной бумаги», утвержденными Министерством здравоохранения СССР.

При работе с новыми веществами, на которые еще не установлены предельно допустимые концентрации, следует руководствоваться безопасными уровнями воздействия, устанавливаемыми в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.007—76.

3.2. К проведению работ по испытаниям ингибиторов допускаются лица, прошедшие предварительный медицинский осмотр, инструктаж о правилах безопасности и работы в химических лабораториях, осведомленные о степени токсичности применяемых веществ и способах защиты от их воздействия.

3.2.1. Лица, работающие с ингибиторами, подлежат периодическому медицинскому осмотру не реже одного раза в 12 мес.

3.3. Операции, связанные с подготовкой поверхности образцов, снятием продуктов коррозии, а также с приготовлением растворов кислот и щелочей необходимо проводить в помещениях, оборудованных общеобменной вентиляцией. Источники выделения ингибиторов и других вредных химических веществ и пыли должны быть оборудованы местной вентиляцией в соответствии с ГОСТ 12.4.021—75.

3.4. Абразивную обработку следует проводить в специальных изолированных помещениях.

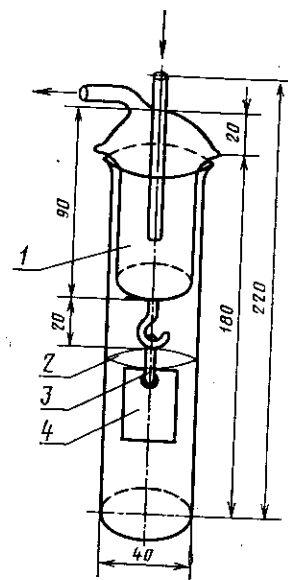
3.5. Помещения, в которых проводятся работы с органическими растворителями, должны быть обеспечены средствами пожаротушения в соответствии с действующими нормами.

3.6. Во время приготовления растворов в емкости сначала наливают воду, а затем кислоту или щелочные компоненты. Работающий должен иметь предохранительные очки и защитные перчатки. В случае попадания кислоты и щелочи на открытые части тела или в глаза, необходимо немедленно смыть их струей воды.

3.7. Периодически должен проводиться контроль за содержанием ингибиторов в воздухе рабочей зоны. Чувствительность методов и приборов контроля не должна быть ниже 0,5 уровня предельно допустимой концентрации или ориентировочно безопасного уровня воздействия, их погрешность не более $\pm 25\%$ определяемой величины.

3.8. Лица, постоянно контактирующие с ингибиторами, должны использовать средства индивидуальной защиты по ГОСТ 12.4.001—75.

Сосуд для проведения статических испытаний



1—холодильник; 2—пробирка; 3—стеклянный крючок; 4—образец

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Справочное

СОСТАВЫ МОДЕЛЬНЫХ РАСТВОРОВ ДЛЯ ИСПЫТАНИЯ
ИНГИБИТОРОВ

1. Состав испытательной среды выбирается в зависимости от цели испытания.
2. Для приготовления модельных растворов следует применять дистиллированную воду.
3. При использовании гидратированных солей для приготовления модельных растворов следует произвести пересчет концентрации.
4. В таблице приведены составы модельных растворов.

Номер раствора	Массовая концентрация, мг/дм ³ , компонента					
	NaCl	MgSO ₄	Na ₂ SO ₄	NaHCO ₃	CaCl ₂	Ca(NO ₃) ₂
1	243,0	25,0	192,0	8,0	5,0	—
2	914,0	250,0	1924,0	361,0	237,0	—
3	—	—	213,0	138,0	333,0	—
4	—	—	319,0	от 210,0 до 336,0	500,0	—
5	82,0	—	74,0	80,0	—	82,0
6	410,0	—	296,0	400,0	—	410,0
7	30,0	—	70,0	—	—	—

ПРИЛОЖЕНИЕ 3
Рекомендуемое

РЕЗУЛЬТАТЫ ИСПЫТАНИЯ ОБРАЗЦОВ

Серия № _____ Продолжительность испытания, ч _____

Площадь образца, м² _____

Номер образца	Масса образца, г			Коррозионные потери		
	до испытания P_0	с продуктами коррозии P	после удаления продуктов коррозии P_1	образца $\Delta P = P_0 - P_1$	на единицу площади $\frac{\Delta P}{S}$	средние с доверительным интервалом

ПРИЛОЖЕНИЕ 4
Справочное

ПРИМЕР СТАТИСТИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ РЕЗУЛЬТАТОВ
КОРРОЗИОННЫХ ИСПЫТАНИЙ

В результате коррозионных испытаний образцов из углеродистой стали в растворах с двумя ингибиторами А и Б получены индивидуальные величины потери массы:

ингибитор А: 86,00 99,00 71,00 104,00 92,00 мг/см²
ингибитор Б: 74,00 70,00 63,00 78,00 86,00 мг/см²

Статистическая обработка результатов проводится в следующем порядке.

1. Определяют среднее арифметическое значение \bar{x} .

$$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2 + x_3 + \dots + x_n}{n} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i,$$

где n — количество образцов.

Для ингибитора А:

$$\bar{x}_A = \frac{86,00+99,00+71,00+104,00+92,00}{5} = \frac{452,00}{5} = 90,40.$$

Для ингибитора Б:

$$\bar{x}_B = \frac{74,00+70,00+63,00+78,00+85,00}{5} = \frac{371,00}{5} = 74,2.$$

2. Определяют стандартное среднеквадратичное отклонение отдельного измерения S_n , которое является мерой разброса опытных данных и характеризует случайную ошибку метода испытания, по формулам:

$$S_n = \sqrt{\frac{(\bar{x}-x_1)^2 + \dots + (\bar{x}-x_i)^2}{n-1}} =$$

$$= \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_1^n (\bar{x}_n - x_i)^2}$$

или

$$S_n = \sqrt{\frac{(n \sum x_i^2) - (\sum x_i)^2}{n(n-1)}} \quad S_n = \sqrt{\frac{n \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2}{n(n-1)}}$$

Для ингибитора А:

$$S_{nA} = \left[\frac{(90,40-86,00)^2 + (90,40-99,00)^2 + (90,40-71,00)^2}{5-1} + \frac{(90,40-104,00)^2 + (90,40-92,00)^2}{5-1} \right]^{1/2} = 12,82.$$

Для ингибитора Б:

$$S_{nB} = \sqrt{\frac{(5 \cdot 27825 - 371^2)}{5(5-1)}} = \sqrt{\frac{139125 - 137641}{20}} = 8,61.$$

Стандартное среднеквадратичное отклонение любого прямого измерения связано с доверительной границей погрешности отдельного прямого измерения следующим образом:

$\bar{x} \pm S_n$ — будет охватывать в среднем 67,27% результатов;

$\bar{x} \pm 2S_n$ — будет охватывать в среднем 95,45% результатов;

$\bar{x} \pm 3S_n$ — будет охватывать в среднем 99,73% результатов.

Эти крайние величины необходимы для того, чтобы оценить насколько можно полагаться на одно отдельное измерение, что важно при техническом контроле, когда иногда проводят только одно измерение.

3. Определяют среднеквадратичное отклонение среднего арифметического значения $S_{\bar{x}}$:

$$S_{\bar{x}} = \frac{S_n}{\sqrt{n}}.$$

Для ингибитора А:

$$S_{\bar{x}_A} = \frac{12,82}{\sqrt{5}} = 5,73.$$

Для ингибитора Б:

$$S_{\bar{x}_B} = \frac{8,61}{\sqrt{5}} = 3,85.$$

которое характеризует точность метода измерения. Показатель точности исследования (E , %) определяют по формуле

$$E = \frac{S_{\bar{x}}}{\bar{x}} \cdot 100.$$

Для ингибитора А:

$$E_A = \frac{5,73 \cdot 100}{90,40} = 6,34\%.$$

Для ингибитора Б:

$$E_B = \frac{3,85 \cdot 100}{74,2} = 5,19\%.$$

Результаты коррозионных испытаний считаются удовлетворительными, если $E \leq 10\%$.

4. Исключают грубые погрешности измерения по максимальному относительному отклонению τ_{1-p} , определяемому по табл. 1.

Таблица 1
Квантили распределения максимального относительного отклонения τ_{1-p}

Количество образцов n	Уровень значимости p					
	0,001	0,005	0,01	0,025	0,05	0,10
3	1,414	1,414	1,414	1,414	1,412	1,406
4	1,732	1,728	1,723	1,710	1,689	1,645
5	1,994	1,972	1,955	1,917	1,869	1,791
6	2,212	2,161	2,130	2,067	1,996	1,894
7	2,395	2,130	2,265	2,182	2,093	1,974
8	2,547	2,431	2,374	2,273	2,172	2,041
9	2,677	2,532	2,464	2,349	2,238	2,097
10	2,788	2,616	2,606	2,414	2,294	2,146
11	2,884	2,689	2,640	2,470	2,343	2,190
12	2,969	2,753	2,663	2,519	2,387	2,229
13	3,044	2,809	2,713	2,563	2,426	2,264
14	3,111	2,859	2,759	2,602	2,461	2,297
15	3,171	2,905	2,800	2,638	2,494	2,327
16	3,225	2,946	2,838	2,670	2,523	2,354
17	3,274	2,983	2,871	2,701	2,551	2,380
18	3,320	3,017	2,903	2,728	2,577	2,404
19	3,361	3,049	2,932	2,754	2,601	2,426
20	3,400	3,079	2,959	2,779	2,623	2,447
21	3,436	3,106	2,984	2,801	2,644	2,467