



中华人民共和国电力行业标准

DL / T 1420 — 2015

磷酸酯抗燃油水解安定性测定法

Determination of the hydrolytic stability of fire-resistant phosphate ester fluids

(DIN EN 14833: 2005, MOD)

2015-04-02 发布

2015-09-01 实施

国家能源局 发布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 原理	1
5 试剂和材料	1
6 仪器	1
7 样品和取样	2
8 玻璃仪器的准备	2
9 试验步骤	3
10 计算	3
11 精密度	3
12 报告	4
附录 A（资料性附录） 本标准条编号与 DIN EN 14833：2005 章条编号的结构性差异对照	5
附录 B（资料性附录） 本标准与 DIN EN 14833：2005 的技术性差异及其原因	6

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》给出的规则起草。

本标准修改采用 DIN EN 14833: 2005《磷酸酯抗燃油水解安定性测定法》。

本标准与 DIN EN 14833: 2005 的技术性差异和结构差异如下：

- 本标准用 GB/T 4756 代替 ISO 3170, 用 GB/T 6682 代替 ISO 3696, 用 GB/T 4945 代替 ISO 6618, 用 GB/T 7304 代替 ISO 6619, 用 SH/T 0163 代替 ISO 7537;
- 将 DIN EN 14833: 2005 中“11 结果的表示”和“13 试验报告”修改合并为“12 报告”;
- 删除了参考文献;
- 增加了附录 A (资料性附录) 本标准条编号与 DIN EN 14833: 2005 章条编号的结构性差异对照;
- 增加了附录 B (资料性附录) 本标准与 DIN EN 14833: 2005 的技术性差异及其原因。

本标准还作了下列编辑性修改：

- 用小数点符号“.”代替小数点符号“,”;
- 为与现有标准系列一致, 将标准名称改译为《磷酸酯抗燃油的水解安定性测定法》;
- 用“本标准”代替“本欧洲标准”;
- 重复性和再现性的文字表述进行了编辑性修改;
- 删除了欧洲标准的前言和引言;
- 删除了 1 范围中的警告部分。

本标准由中国电力企业联合会提出。

本标准由全国电气化学标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：西安热工研究院有限公司。

本标准主要起草人：冯丽萍、刘永洛、王笑微、肖秀媛、刘晓莹。

本标准在执行过程中的意见或建议反馈至中国电力企业联合会标准化管理中心（北京市白广路二条一号，100761）。

磷酸酯抗燃油水解安定性测定法

1 范围

本标准规定了磷酸酯抗燃油水解安定性的测试方法。

本标准适用于 GB/T 7631.2 中的 HFDR 类磷酸酯抗燃油和 GB/T 7631.10 中的 TSD、TGD 和 TCD 类磷酸酯抗燃油。

水解安定性结果以酸值的形式表示，酸值可用 GB/T 4945、GB/T 7304 及 SH/T 0613 中的任一方法测定，不同方法的测定结果可能不同，故不同方法的测定结果直接对比需谨慎。

本标准适用于水解安定性不大于 0.5mgKOH/g 的磷酸酯抗燃油。

本标准也适用于其他的无水抗燃液，例如 GB/T 7631.2 中的 HFDU 类其他成分的无水合成液。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 4756 石油液体手工取样法（GB/T 4756—1998，ISO 3170：1988，MOD）

GB/T 4945 石油产品和润滑剂酸值和碱值测定法（颜色指示剂法）

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法（GB/T 6682—2008，ISO 3696：1987，MOD）

GB/T 7304 石油产品酸值的测定 电位滴定法

GB/T 7631.2 润滑剂、工业用油和相关产品（L 类）的分类 第 2 部分：H 组（液压系统）

GB/T 7631.10 润滑剂、工业用油和相关产品（L 类）的分类 第 10 部分：T 组（涡轮机）

SH/T 0163 石油产品总酸值测定法（半微量颜色指示剂法）

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

水解安定性 hydrolytic stability

在本标准规定的条件下反应 96h 后，抗燃油的酸值变化和水的酸值变化的总和。

4 原理

将样品和水按 3:1 的比例混合，在 85℃ 下静置回流 96h，使样品发生水解，测定反应前后样品和水的酸值。样品的水解安定性用样品和水的酸值增加的总和来表示。

5 试剂和材料

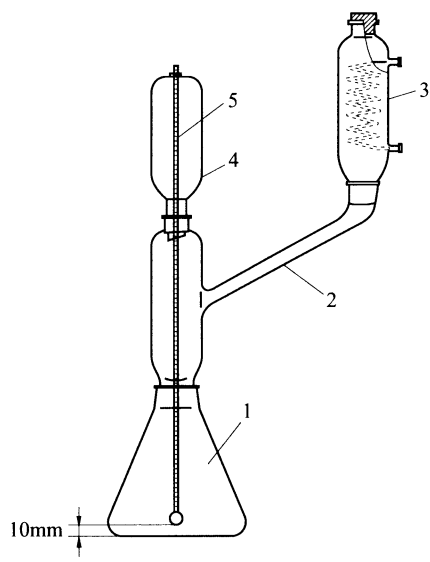
水，符合 GB/T 6682 三级水规格。

6 仪器

6.1 概述

本标准中用到的锥形玻璃磨口和玻璃汽封接头规格为 29/32 或者 29/43。无论选择哪种规格，接头和接口长度必须一致。

试验仪器示意图见图 1。



1—锥形瓶；2—双径接头；3—具塞冷凝管；4—接头；5—温度计

图 1 试验仪器示意图

- 6.2 天平，感量为 0.1g，称量范围为 0g~1000g。
- 6.3 锥形瓶，硼硅玻璃，带内玻璃磨口，容量为 500mL。
- 6.4 连接管件。
 - 6.4.1 双径接头，下部为锥形外磨口接头，上部为两个平行的锥形内磨口接头。一边接冷凝管，另一边接固定温度计的连接管。
 - 6.4.2 接头，底部为锥形外磨口接头，顶部带可固定温度计的螺丝帽。
- 6.5 冷凝管，一端为外磨口，另一端为内磨口的夹套型玻璃冷凝管，长度不小于 250mm，配置适合内磨口的聚四氟乙烯垫圈和聚乙烯塞。
- 6.6 油浴缸，控温范围为 85℃~95℃，油浴的深度应满足锥形瓶悬浮的状态下可浸至锥形瓶（符合 6.3 的要求）颈部。

注：建议在油浴缸顶部悬挂可满足锥形瓶浸至尺度的支架。
- 6.7 温度计，全浸式液体玻璃温度计，量程为 0℃~100℃，最小分度不大于 0.2℃，或同等精度的温度测量仪器或系统。
- 6.8 分液漏斗，容量为 500mL，带磨口塞。
- 6.9 烘箱：温度可控制在 105℃±5℃内，用于干燥玻璃器皿。

7 样品和取样

- 7.1 如无特殊要求，应按照 GB/T 4756 和/或产品试验取样的国际标准或规则取样。
- 7.2 样品应透明、无杂质。如果有沉淀或游离水存在，应在试验报告中注明，并且试验前应通过过滤或沉淀除去。

8 玻璃仪器的准备

使用之前，确保玻璃仪器洁净和干燥。使用合适的溶剂或者去离子洗涤剂对其进行预清洁，然后使用水（符合 5.1 的要求）进行彻底清洁。在烘箱（符合 6.9 的要求）中烘干 30min 后，置于密闭容器中冷却至室温。

9 试验步骤

9.1 根据 GB/T 4945、GB/T 7304 及 SH/T 0613 中的任一方法测定样品和水（符合 5.1 的要求）的酸值。

9.2 称量锥形瓶（符合 6.3 的要求）的重量，准确至 0.1g。

9.3 称取 $300\text{g} \pm 0.1\text{g}$ 油样至锥形瓶（符合 6.3 的要求）中，再称取 $100\text{g} \pm 0.1\text{g}$ 水（符合 5.1 的要求）至锥形瓶（符合 6.3 的要求）中，记录总重量。

9.4 在双径接头的弧形处先安装上聚四氟乙烯垫圈，然后装上冷凝管。

9.5 在双径接头的垂直部分装上接头（符合 6.4.2 的要求），插入温度计，使温度计的液泡底端或测温装置距离锥形瓶底部 $10\text{mm} \pm 1\text{mm}$ 。

9.6 盖上冷凝管的塞子，打开冷却水。

9.7 把装配好的仪器放入油浴（符合 6.6 的要求）中，油浴液面达到锥形瓶颈部的底端（见 6.6 注），油浴温度应控制在能够保持加水测试样品在 $85^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ 的温度内，当试样温度达到 84°C 时开始计时。

注：油浴的温度应通过预先试验确定，它取决于油浴槽的设计、容量和荷载，通常在 $88^\circ\text{C} \sim 95^\circ\text{C}$ 之间。

9.8 $96\text{h} \pm 1\text{h}$ 后，从油浴中取出试验装置，使试样和水的混合物冷却至室温。

9.9 拆下装置，清洗和干燥锥形瓶的外部，然后称重，如需要，加入水（符合 5.1 的要求）至总重量到 9.3 记录的重量 $\pm 0.1\text{g}$ 范围内。

9.10 把试样和水的混合物从锥形瓶（符合 6.3 的要求）转移到分液漏斗（符合 6.8 的要求）中等待完全分层。如果 50min 内不能完全分层，但每相可以得到 9.11 所需的足够澄清的液体，进行 9.11 的测试步骤。如果其中一相不能得到足够澄清的液体，再静置 1h。只要每相可得到 9.11 所需的足够澄清液体时，就取样进行 9.11 的测试步骤，结果报告为“延迟”。如果 1h50min 后，仍没有足够的相分离，结果报告为“无法评定”。

9.11 分别从两相中移取测试样品，按照 9.1 中样品和水的酸值测定方法测定样品和水的酸值。

10 计算

计算水解安定性 HS，结果用反应后样品和水的酸值与反应前样品和水的酸值的差值之和表示，单位为 mgKOH/g，计算公式如下：

$$HS = (A_2 - A_1) + (A_4 - A_3) \quad (1)$$

式中：

A_1 ——水解前油样的酸值，取值至 0.01mgKOH/g；

A_2 ——水解后油相的酸值，取值至 0.01mgKOH/g；

A_3 ——水解前试剂水的酸值，取值至 0.01mgKOH/g；

A_4 ——水解后水相的酸值，取值至 0.01mgKOH/g。

11 精密度

11.1 重复性

两次重复测定结果误差应小于 0.08mgKOH/g。

11.2 再现性

对同一样品，不同实验室测定结果误差应小于 0.16mgKOH/g。

注：精密度验证试验结果来源于一个实验室，验证试验步骤中所用的酸值的测试方法符合 GB/T 4945 的要求。

12 报告

取两次满足重复性要求的测试结果的算术平均值作为报告值。

根据 7.2 的记录，报告样品中存在水和/或沉淀。

如果存在 9.10 中的对应情况，结果报告为“延迟”或“无法评定”。

附 录 A
(资料性附录)

本标准条编号与 DIN EN 14833：2005 章条编号的结构性差异对照

表 A.1 列出了本标准章条编号与 DIN EN 14833：2005 章条差异的结构性差异对照。

表 A.1 本标准章条编号与 DIN EN 14833：2005 章条差异的结构性差异对照

本标准章条编号	DIN EN 14833：2005 章条编号
1	1
2	2
3	3
4	4
5	5
6	6
7	7
8	8
9	9
10	10
11	12
12	11、13
—	参考文献
附录 A	—
附录 B	—

附 录 B
(资料性附录)

本标准与 DIN EN 14833：2005 的技术性差异及其原因

表 B.1 列出了本标准与 DIN EN 14833：2005 的技术性差异及其原因。

表 B.1 本标准与 DIN EN 14833：2005 的技术性差异及其原因

本标准章条编号	技术性差异	原 因
1	GB/T 7631.2 代替了 EN ISO 6743—4 [2], GB/T 7631.10 代替了 EN ISO 6743—5 [3]	我国已有类似标准
2	引用我国标准, 而非国际标准 GB/T 4756 代替了 ISO 3170, GB/T 6682 代替了 ISO 3696, GB/T 4945 代替了 ISO 6618, GB/T 7304 代替了 ISO 6619, SH/T 0163 代替了 ISO 7537	我国已有类似标准