

液压液水解安定性测定法
(玻璃瓶法)

(2004年确认)

代替 SH/T 0301—92

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用玻璃瓶法测定液压液水解安定性的方法。

本标准适用于矿油型和合成型液压液。

注：本标准也适用于评定水基或水乳化的液压液，但应按原始状态评定，试样量为 100g。

2 引用标准

GB/T 265 石油产品运动粘度测定法和动力粘度计算法

GB 4544 啤酒瓶

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 5231 加工铜及铜合金化学成分和产品形状

SH/T 0079 石油产品试验用试剂溶液配制方法

SH/T 0210 液压油过滤性试验法

3 方法概要

将试样、水和铜片一起密封在耐压玻璃瓶内，然后将其放在 $93^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 的油品水解安定性试验箱内，按头尾颠倒方式旋转 48h 后，将油水混合物过滤，测定不溶物，再将油、水分离，分别测定油的粘度、酸值、水层总酸度和铜片质量变化。

注意：在 93°C 的试验条件下，使用能耐含有约 200kPa 的空气和水蒸气的玻璃瓶，操作中应戴上防护面罩和厚的纤维手套。

4 仪器与材料

4.1 仪器

4.1.1 玻璃瓶：容量 200mL，瓶口符合 GB 4544 规定。

4.1.2 天平：感量 0.5g 及感量 0.1mg。

4.1.3 压盖机。

4.1.4 油品水解安定性试验箱：由内部装有能够夹住玻璃瓶，并使转速保持在 $5\text{r}/\text{min}$ ，按头尾颠倒方式旋转的旋转机构的恒温烘箱所组成，该烘箱能控制温度至 $93^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 。

4.1.5 瓶启子：用以开启玻璃瓶盖。

4.1.6 过滤装置：不锈钢滤网薄膜型，符合 SH/T 0210 中的规定。

4.1.7 电动吸引器：抽气速率为 $30\text{L}/\text{min}$ 的都可以使用，例如 YB·DX23 型。

4.1.8 吸滤瓶：250mL。

4.1.9 分液漏斗：250mL。

- 4.1.10 培养皿：直径110mm。
- 4.1.11 离心管：锥形，100mL。
- 4.1.12 离心机：能维持离心速度为1500r/min。
- 4.1.13 锥形烧瓶：250mL。
- 4.1.14 微量滴定管：2mL，分度为0.02mL。
- 4.1.15 称量瓶：直径为30mm，高为60mm。
- 4.1.16 放大镜：20倍。
- 4.1.17 烘箱：能控制温度至 $60^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 。

4.2 材料

- 4.2.1 铜片：符合GB/T 5231中T1要求，铜片厚为0.10~0.12mm。
- 4.2.2 砂布：粒度为240号。
- 4.2.3 绸布。
- 4.2.4 瓶垫：直径为24mm的耐油橡胶垫。
- 4.2.5 瓶盖：直径为25mm的玻璃瓶用的马口铁盖子。
- 4.2.6 薄膜型滤膜：直径50mm，孔径 $5\mu\text{m}$ 混合纤维树脂滤膜。
- 4.2.7 毛刷：猪鬃竹柄式。
- 4.2.8 蒸馏水：二次蒸馏水或离子交换水。

5 试剂

5.1 正庚烷：分析纯。

注意：易燃品。吸入有害，反复接触刺激皮肤。

5.2 1, 1, 1-三氯乙烷：分析纯。

注意：吸入有害。高浓度可引起无知觉或死亡，接触时可刺激皮肤和引起皮炎，如果燃烧可产生有毒蒸气。

5.3 无水硫酸钠：分析纯。

5.4 无水异丙醇：分析纯。

5.5 95%乙醇：分析纯。

5.6 氢氧化钾：分析纯，按SH/T 0079配制 $c(\text{KOH}) = 0.1\text{mol/L}$ 氢氧化钾标准滴定溶液及配制 $c(\text{KOH}) = 0.1\text{mol/L}$ 氢氧化钾异丙醇标准滴定溶液。

5.7 酚酞指示剂：配成10g/L乙醇指示液。

5.8 石蕊试纸

6 准备工作

6.1 清洗玻璃仪器，然后用蒸馏水清洗两次，干燥后备用。

6.2 将铜片剪成宽13mm，长51mm的长方形，并按试验编号在铜片上打上印记。

6.3 将盛有薄膜型滤膜的称量瓶敞开盖子放在 $60^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 的烘箱内干燥，不少于1h，然后盖上盖子放在干燥器中冷却30min后进行称重(精确至0.2mg)。

7 试验步骤

7.1 用蒸馏水充满玻璃瓶，静置一昼夜，放出玻璃瓶中的水，然后用蒸馏水冲洗干净。

7.2 用洗净的玻璃瓶称取 $75\text{g} \pm 0.5\text{g}$ 试样和 $25\text{g} \pm 0.5\text{g}$ 蒸馏水。如果试样为水基或水乳化的液压力时，不需另加水，试样量为 $100\text{g} \pm 0.5\text{g}$ 。

7.3 用砂布打磨铜片至表面清洁，并用正庚烷清洗，自然干燥后用清洁绸布擦净，然后称重(精确

至 0.2mg)，立即将铜片浸入装有试样的玻璃瓶中。

注：在处理铜片时，应戴手套或使用滤纸，避免手指与铜片接触。

7.4 把装有耐油密封垫的玻璃瓶盖，用压盖机紧压在试验用玻璃瓶上，以不泄漏为准。

7.5 将上述玻璃瓶安装在温度为 $93^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 的试验箱内的旋转机构上，按头尾颠倒的方式，使其以 $5\text{r}/\text{min}$ 速度旋转，试验温度达到 $93^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 开始计时，运转 48h。

7.6 取出玻璃瓶，放在隔热板上，冷却至室温。

7.7 用瓶启子打开玻璃瓶，将玻璃瓶内油和水倒入装有已称重过的薄膜型滤膜的过滤装置中，在真空下过滤，然后用适量加热至 70°C 左右的蒸馏水依次洗涤玻璃瓶、铜片。将洗涤液倒入过滤器过滤，直至洗涤液对石蕊试纸呈中性为止。洗后的铜片用镊子放入培养皿中。

7.8 将吸滤瓶内油和水混合物移至 250mL 的分液漏斗中，静置至分成清晰的水层和油层（若不测定不溶物时，可不过滤而将玻璃瓶内的油和水混合物移至分液漏斗中进行油水分离，如果油和水的混合物不能分成清晰的油层和水层，可将其移至 100mL 锥形离心管中，以 $1500\text{r}/\text{min}$ 速度离心分离 10min，使之分出清晰的水层）。

7.9 将 7.8 条中分出的水层放入 250mL 锥形烧瓶中，同时用适量 70°C 左右的蒸馏水依次清洗吸滤瓶，所得洗涤液倒入分液漏斗中去洗涤剩下的油。静置分液漏斗中的油水混合物，将分出的水层放入上述的 250mL 锥形烧瓶中。然后再用适量 70°C 左右的蒸馏水依次洗涤分液漏斗中的油，直至洗涤液对石蕊试纸呈中性为止。静置后所分出的水层也放入上述锥形烧瓶中。

7.10 用药勺把少量无水硫酸钠加入到分液漏斗里的洗涤后油中，经剧烈摇动均匀，倒入已干燥过的滤纸上过滤。

7.11 粘度的测定。按照 GB/T 265 测定 7.10 条中过滤后试样的 40°C 运动粘度，将结果与原试样的粘度比较，计算在 40°C 下粘度变化百分数。

7.12 酸值的测定。按照 GB/T 4945 测定 7.10 条中过滤后试样的酸值，并和原试样酸值比较，记录酸值变化。

7.13 水层总酸度的测定。向 7.9 条中盛有水液（试验后水层和洗涤水液）的锥形烧瓶内，加入 1mL 酚酞指示液，用 $c(\text{KOH}) = 0.1\text{mol}/\text{L}$ 氢氧化钾标准滴定溶液迅速滴定，直至溶液变成浅玫瑰色，并能保持 15s 不变为终点。记录滴定水层所消耗的氢氧化钾标准滴定溶液的毫升数。

7.14 不溶物的测定。将过滤器中的薄膜型滤膜用 50mL 正庚烷冲洗后，放入 6.3 条中的称量瓶中，按照 6.3 条要求移至 $60^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 烘箱内干燥后称重。记录试验前后称量瓶和薄膜型滤膜的质量。

7.15 铜片质量变化的测定及铜片外观的判定。依次用正庚烷、三氯乙烷清洗培养皿中的铜片。在清洗时要用毛刷洗刷铜片表面，并用清洁的绸布擦净铜片，干燥后称重，记录试验前后铜片的质量。然后将铜片放在 20 倍的放大镜下观察，记录铜片外观颜色和腐蚀程度。

8 计算

8.1 试样的不溶物 X [% (m/m)] 按式(1)计算：

$$X = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中： m_0 ——试验前薄膜型滤膜和称量瓶的质量，g；

m_1 ——试验后薄膜型滤膜和称量瓶的称量，g；

m ——试样的质量，g。

8.2 试样运动粘度变化百分数 X_1 (%) 按式(2)计算：

$$X_1 = \frac{\nu_1 - \nu_0}{\nu_0} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中： ν_0 、 ν_1 ——试验前、后试样在 40°C 的运动粘度值， mm^2/s 。

8.3 试样的酸值变化 $X_2(\text{mgKOH/g})$ 按式(3)、(4)、(5)计算:

$$X_2 = Y_1 - Y_0 \dots\dots\dots (3)$$

其中: $Y_0 = \frac{V_0 \times 0.0561 \times c \times 1000}{m_2} \dots\dots\dots (4)$

$$Y_1 = \frac{V_1 \times 0.0561 \times c \times 1000}{m_3} \dots\dots\dots (5)$$

式中: Y_0 、 Y_1 ——试验前、后试样的酸值, mgKOH/g ;

V_0 、 V_1 ——试验前、后滴定试样所消耗氢氧化钾异丙醇标准滴定溶液的体积, mL ;

c ——氢氧化钾异丙醇标准滴定溶液的实际浓度, mol/L ;

0.0561——与 1.00mL 氢氧化钾异丙醇标准滴定溶液 [$c(\text{KOH}) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的酸(以氢氧化钾表示)的质量;

m_2 、 m_3 ——试验前、后试样的质量, g 。

8.4 水层总酸度 $X_3(\text{mgKOH})$ 按式(6)计算:

$$X_3 = (V_2 - V_3) \times 0.0561 \times c_1 \times 1000 \dots\dots\dots (6)$$

式中: V_2 ——滴定水层试样所消耗的氢氧化钾标准滴定溶液的体积, mL ;

V_3 ——滴定空白试验所消耗的氢氧化钾标准滴定溶液的体积, mL ;

c_1 ——氢氧化钾标准滴定溶液的实际浓度, mol/L 。

8.5 铜片质量变化 $X_4(\text{mg/cm}^2)$ 按式(7)计算:

$$X_4 = \frac{m_4 - m_5}{A} \times 1000 \dots\dots\dots (7)$$

式中: m_4 、 m_5 ——试验前、后铜片质量, g ;

A ——铜片的表面积, 规定条件下为 $[(1.3 \times 5.1) \times 2]\text{cm}^2$ 。

9 精密度

用下述规定判断试样的酸值变化、水层总酸度和铜片质量变化试验结果的可靠性(95%置信水平)。

9.1 重复性: 同一操作者在同一实验室, 测定同一试样的两个结果之差不应大于下表规定的数值。

9.2 再现性: 不同操作者在不同实验室, 测定同一试样的两个结果之差不应大于下表规定的数值。

精密度表

项 目	重复性(r)	再现性(R)
酸值变化, mgKOH/g	$0.8\bar{X}$	$1.9\bar{X}$
水层总酸度, mgKOH	$0.8\bar{X}$	$1.3\bar{X}$
铜片质量变化, mg/cm^2	$0.3\bar{X}$	$0.9\bar{X}$

注: \bar{X} 为两次测定结果的平均值。

10 报告

取重复测定两个结果的算术平均值(取至小数点后两位)作为试样的测定结果。

铜片外观: 用文字描述铜片在 20 倍放大镜下观察的外观。

附加说明：

本标准由石油化工科学研究院技术归口。

本标准由大连石油化工公司负责起草。

本标准主要起草人颜贤忠、刘兰香。

本标准参照采用美国试验与材料协会标准 ASTM D2619 - 88《液压液水解安定性测定法(玻璃瓶法)》。

本标准首次发布于 1983 年。