

ICS 23.100.60

J 20

备案号: 56478—2017

JB

中华人民共和国机械行业标准

JB/T 12920—2016

液压传动 液压油含水量检测方法

Hydraulic fluid power—Test method for determining water in hydraulic oil

2016-10-22 发布

2017-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 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 要求	1
4.1 化学试剂和材料要求.....	1
4.2 仪器设备要求.....	2
5 取样	3
5.1 取样容器的一般要求.....	3
5.2 取样.....	3
6 准备工作.....	3
6.1 实验室样品的制备.....	3
6.2 卡尔费休滴定仪准备.....	4
6.3 单组分试剂和双组分试剂浓度标定.....	4
7 检测步骤.....	4
8 检测结果判定.....	5
8.1 重复性.....	5
8.2 复现性.....	5
9 数据表达.....	5
9.1 数据处理.....	5
9.2 检测报告.....	5
附录 A (资料性附录) 被测样品注入量.....	7
A.1 容量滴定法被测样品注入量的计算.....	7
A.2 库仑滴定法被测样品注入量的计算.....	7
表 1 检测结果的重复性和复现性要求.....	5
表 A.1 推荐最佳被测样品注入量.....	7

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国机械工业联合会提出。

本标准由全国液压气动标准化技术委员会 (SAC/TC 3) 归口。

本标准起草单位：航空工业过滤产品质量监督检测中心 (新乡)、新乡平原航空技术工程有限公司、黎明液压有限公司、中材科技膜材料公司、北京化工大学、九江七所精密机电科技有限公司。

本标准主要起草人：张雄、王秉杰、吴志中、叶萍、严洁、李方俊、杨春木。

本标准为首次发布。

液压传动 液压油含水量检测方法

1 范围

本标准规定了用卡尔费休滴定法检测液压油含水量的方法。

本标准适用于液压油含水量的检测，其他系统工作介质含水量的检测也可参照执行。

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 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 14039—2002 液压传动 油液固体颗粒污染等级代号

GB/T 17489 液压颗粒污染分析 从工作系统管路中提取液样

GB/T 26793—2011 库仑法微量水分测定仪

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

库仑滴定法 coulometric titration method

依据所消耗的电量 and 法拉第定律，得出液压油含水量的分析方法。

3.2

容量滴定法 potentiometric titration method

依据所消耗的滴定剂体积，得出液压油含水量的分析方法。

3.3

预滴定 pre-titration

在检测样品前，对滴定池内腔玻璃表面和空气进行脱水的程序。

3.4

滴定速度 titration speed

在单位时间内滴定池中电解水分的总量。

注：以微克每分（ $\mu\text{g}/\text{min}$ ）为计量单位。

4 要求

4.1 化学试剂和材料要求

4.1.1 分子筛（干燥剂）

干燥或无水的球状或条状分子筛（干燥剂）呈灰白色。检查发现分子筛（干燥剂）变色，应将分子筛（干燥剂）放在烘箱中，温度设定在（100~150） $^{\circ}\text{C}$ ，干燥4 h。完成干燥后，立即将分子筛（干燥

剂)转移至干燥器中,使其自然冷却。

4.1.2 卡尔费休试剂

库仑滴定法使用阳极液(A液)和阴极液(C液)。容量滴定法使用单组分试剂和双组分试剂。

4.1.3 异丙醇

异丙醇应为分析纯。

4.1.4 蒸馏水

蒸馏水应满足 GB/T 6682—2008 中三级水以上(含三级水)标准。

4.1.5 标准水

应盛装在安瓿瓶中,并附有标准物质证书。用于卡尔费休试剂浓度的标定。

4.2 仪器设备要求

4.2.1 一般要求

检测涉及的所有仪器均应计量合格,所有试剂和材料应在有效期内。

4.2.2 卡尔费休测定仪

4.2.2.1 通用要求

属于液压油含水量的专用检测仪器。测量范围: $\geq 10 \mu\text{g/g}(\text{H}_2\text{O})$ 。

4.2.2.2 安全性要求

液压油含水量检测时,库仑法测定仪的安全性要求应符合 GB/T 26793—2011 中 3.11 的规定,容量法测定仪安全性要求与之相同。

4.2.2.3 工作条件要求

液压油含水量检测时,应满足下列工作条件要求:

——环境温度: $(5\sim 30)^\circ\text{C}$;

——相对湿度: $\leq 70\%$;

——无影响仪器使用的振动和电磁干扰;

——室内无腐蚀性气体,有良好的通风装置,工作区域应避免直接光照,且与实验间空调系统的送风口和排风口的距离不少于 2 m。

4.2.3 磁力搅拌器

应根据取样容器及样品量选择合适规格的磁力搅拌器,且搅拌速度可调,转速范围: $(100\sim 1500) \text{ r/min}$ 。

4.2.4 取样器

取样器应为玻璃制品。取样器针头长度应保证插入进样孔后,尖端可达到卡尔费休试剂的液面下。针孔直径宜在 $(0.5\sim 0.8) \text{ mm}$,以避免抽取、注射样品时造成堵塞。根据被测样品的含水量可选择 1 mL、2 mL 或 10 mL 的取样器。

4.2.5 天平

天平分度值不大于 0.1 mg。

4.2.6 干燥器

用于盛放干燥后的分子筛（干燥剂）。器口内径：（200~300）mm。

4.2.7 烘箱

烘箱的温度应可调整，最高设置温度应不低于 150℃。

4.2.8 超声波清洗器

超声波清洗器底面积的功率密度范围：（3 000~10 000）W/m²。

5 取样

5.1 取样容器的一般要求

5.1.1 材料

容器应无色、透明，与所取被测样品相容，且不会改变被测样品含水量。容器可承受的温度范围应与被测样品相适应。

5.1.2 形状

容器应为圆口圆底，内壁应光滑，并能防止水在开口部位滞留，容积：（100~300）mL。

5.1.3 防污染措施

容器开口处应有良好的密封和防潮措施，且应存放在相对湿度≤40%的环境中。

5.1.4 清洁度

取样容器应干燥、洁净，清洁度应至少达到 GB/T 14039—2002 中的 15/12/8 级。

5.2 取样

应按照 GB/T 17489 的规定，从液压系统管路、油箱或其他指定位置提取液样。

6 准备工作

6.1 实验室样品的制备

6.1.1 观察盛放被测样品的容器内部是否有析出的游离水。若有析出的游离水，执行 6.1.2~6.1.5；若无析出的游离水，直接执行 6.1.3 和 6.1.5。

6.1.2 用干燥洁净的取样器抽取 1 mL 的异丙醇注入被测样品中，密封被测样品容器。

6.1.3 上下剧烈晃动 5 min，用超声波清洗器处理 2 min，消除气泡。

6.1.4 若被测样品容器内部仍有析出的游离水，重复步骤 6.1.2 和 6.1.3 直至被测样品容器内部无析出的游离水为止。

6.1.5 将洁净、干燥的磁力搅拌棒放入消泡处理后的被测样品中，将被测样品容器密封后，安放在磁

力搅拌器上，调整搅拌转速，直至有明显的漩涡出现，搅拌 10 min，确保被测样品均匀混合。

注：异丙醇中的含水量微乎其微，在采用异丙醇处理浑浊、有游离水的样品时，对其含水量的影响可以忽略不计。

6.2 卡尔费休滴定仪准备

应按照以下程序准备试验仪器：

- a) 按照仪器操作手册检查卡尔费休滴定仪各处连接口。
- b) 检查干燥管中的分子筛（干燥剂），如变色，应更换。
- c) 根据不同被测样品的含水量，选用相对应的滴定法。对于不同的方法在操作中应注意：
 - 1) 对于液压油含水量（质量分数）小于 1% 的样品宜采用卡尔费休库仑滴定法，对于液压油含水量（质量分数）大于 1% 的样品宜采用卡尔费休容量滴定法；
 - 2) 采用容量滴定法，在使用单组分或双组分试剂时，滴定管内应充满试剂，确保滴定管和其他管道中无空气；
 - 3) 采用库仑滴定法，在注入电解液时，应确保注入滴定池外隔室中的阳极液达到操作手册要求的液位，确保注入滴定池内隔室中的阴极液的液面低于阳极液的液面（3~5）mm。
- d) 打开卡尔费休滴定仪电源开关，预热 30 min。
- e) 根据检测要求，按照仪器操作手册设置相应参数。
- f) 起动卡尔费休滴定仪，仪器执行预滴定程序。
- g) 采用容量滴定法在完成预滴定后，尽可能地将滴定速度调至最低并保持。

6.3 单组分试剂和双组分试剂浓度标定

6.3.1 一般要求

采用容量滴定法在每次检测样品前，应对单组分试剂和双组分试剂浓度进行标定。当结果出现争议时，以质量浓度标定方式作仲裁。

6.3.2 标定程序

浓度标定应使用新启封的标准水，并尽可能减少标准水曝露于空气中的时间，未用完的标准水不得再次使用，以免因外界水分的侵入而导致不准确的标定结果。每瓶标准水可完成 3 次~5 次标定。用标准水标定浓度按下列程序进行：

- a) 打开安瓿瓶的密封口。
- b) 用约 1 mL 标准水浸湿 10 mL 取样器内壁。
- c) 用取样器抽取安瓿瓶中剩余的全部标准水。
- d) 将取样器针头插入滴定池内，注入（1.0~1.5）mL 标准水，立即起动滴定，记录标定值。
- e) 重复步骤 d) 的操作 3 次，记录每次的标定值。
- f) 检查标定值是否在规定范围内。若在规定范围内，标定程序完成；若不在规定范围内，则查明原因，更换标准水或试剂，重复步骤 a)~e)，直至标定值符合要求，并做记录。

注：标准水密封在安瓿瓶内，目前市面上有各种不同的容量规格。对于不同规格的标准水，在完成标定程序后安瓿瓶中剩余标准水的量也不一样。

7 检测步骤

液压油中含水量的检测应按照以下程序进行：

- a) 用按照 6.1 规定制备的样品冲洗干燥的取样器内壁 3 次。
- b) 打开盛放被测样品的容器口，取样器针头迅速插入被测样品液面下，在距液面高度约 1/2 处抽

取一定量的被测样品（参见附录 A），快速抽出取样器针头，拭净取样器针头外壁的残留液，用硅橡胶块将取样器针头堵住，迅速置于天平内称量，并记录质量值 W_1 (mg)。

- c) 取下取样器针头上的硅橡胶块，将针头插入注射孔口，在滴定液面下方约 10 mm 处迅速注入被测样品，开始检测。
- d) 将针头提高液面，略微回抽取样器活塞，把取样器针头悬挂的液体吸入取样器，然后拔出取样器针头，用原硅橡胶块将取样器针头堵住，迅速置于天平内称量，并记录质量值 W_2 (mg)。
- e) 按公式 (1) 计算注入被测样品的质量 W 。

$$W = W_1 - W_2 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

W_1 ——被测样品质量、取样器质量与硅橡胶块质量三者之和，单位为毫克 (mg)；

W_2 ——残留样品质量、取样器质量与硅橡胶块质量三者之和，单位为毫克 (mg)。

f) 将被测样品质量 W 的数值输入卡尔费休滴定仪。

g) 滴定终止后，记录被测样品的含水量结果。

h) 按上述程序对每个被测样品做 3 次检测。

8 检测结果判定

8.1 重复性

由同一操作者按照本标准的操作要求，在同一台仪器上，对同一被测样品进行 3 次检测，计算差值百分率（最大值与最小值的差值，除以 3 个检测结果算术平均值，取百分率的绝对值），结果应符合表 1 中的重复性要求，否则应重新检测。

表1 检测结果的重复性和复现性要求

含水量 μg/g	重复性	复现性
≤50	差值百分率≤15%	
>50	差值百分率≤10%	

8.2 复现性

在同一实验室，由不同的操作者按照本标准的操作要求，对同一被测样品进行 3 次检测并取算术平均值作为检测结果，计算差值百分率，结果应符合表 1 中的复现性要求，否则应重新检测。

9 数据表达

9.1 数据处理

取三个检测结果的算术平均值作为被测样品含水量报告的数值。

9.2 检测报告

检测报告应至少包括以下信息：

——检测依据标准；

——检测环境；

- 被测样品名称、型号或牌号、来源；
- 检测结果；
- 检测日期；
- 检测单位；
- 检测人；
- 仪器名称及型号；
- 试剂。

附录 A
(资料性附录)
被测样品注入量

A.1 容量滴定法被测样品注入量的计算

被测样品注入量以使卡尔费休滴定液消耗量为 (1.5~4.5) mL 为宜, 使被测样品内的水完全溶解在滴定液中。

示例:

以滴定液浓度为 4.2 mg/mL 为例。消耗卡尔费休滴定液 (1.5~4.5) mL, 则相当于被测样品含水量质量约为 (6.3~18.9) mg。若被测样品含水量的质量分数约为 4%, 则最佳被测样品注入量为 (0.16~0.47) g。

A.2 库仑滴定法被测样品注入量的计算

被测样品注入量以使水质量在 (0.5~1.0) mg 为宜, 使被测样品中水完全溶解在滴定液中。当被测样品含水量在 (1~10 000) $\mu\text{g/g}$ 时, 建议采用的被测样品最佳注入量见表 A.1。

表A.1 推荐最佳被测样品注入量

预计被测样品含水量 $\mu\text{g/g}$	1	10	50	100	500	1 000	5 000	10 000
最小被测样品注入量 g	10	8	5	4	2	1	0.2	0.1

中 华 人 民 共 和 国
机 械 行 业 标 准
液 压 传 动 液 压 油 含 水 量 检 测 方 法
JB/T 12920—2016

*

机 械 工 业 出 版 社 出 版 发 行
北 京 市 百 万 庄 大 街 22 号
邮 政 编 码：100037

*

210 mm×297 mm·0.75 印 张·19 千 字
2017 年 4 月 第 1 版 第 1 次 印 刷
定 价：15.00 元

*

书 号：15111·14006
网 址：<http://www.cmpbook.com>
编 辑 部 电 话：(010) 88379399
直 销 中 心 电 话：(010) 88379399
封 面 无 防 伪 标 均 为 盗 版



JB/T 12920-2016