

ICS 27.100
E 34
备案号: 50032-2015

DL

中华人民共和国电力行业标准

DL/T 433 — 2015
代替 DL/T 433 — 1992

抗燃油中氯含量的测定 氧弹法

**Determination of chlorine content in phosphate ester
fire-resistant fluids (Bomb method)**

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 方法概述	1
4 仪器和材料	1
5 试剂	2
6 准备工作	2
7 试验步骤	3
8 计算	3
9 精密度	4
10 报告值	4

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。

本标准代替 DL/T 433—1992《抗燃油中氯含量测定方法（氧弹法）》。

本标准与 DL/T 433—1992 相比，主要修订内容为：

- 增加了规范性引用文件；
- 修订了试验用水和坩埚的要求；
- 增加了酸式微量滴定管等实验材料；
- 增加了用氢氧化钠溶液调整吸收液 pH 值的规定；
- 增加了硝酸汞标准溶液的标定方法；
- 修订了计算公式。

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：肖秀媛、王娟、冯丽萍、邵伟。

本标准 1992 年首次发布，本次为第一次修订。

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）。

抗燃油中氯含量的测定 氧弹法

1 范围

本标准规定了抗燃油中氯含量的氧弹测定方法。

本标准适用于抗燃油中氯含量的测定，但油中不应含有其他卤素和一些能生成不溶性氯化物的银、汞等金属元素。

2 规范性引用文件

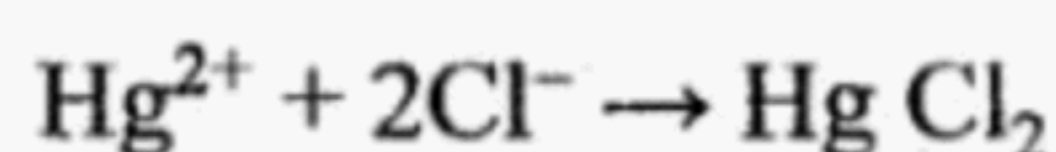
下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法概述

抗燃油在规定压力的氧弹中燃烧，燃烧后生成的氯化氢气体被碱性过氧化氢溶液吸收。以二苯偶氮碳酰肼和溴酚蓝作为指示剂，用硝酸汞标准溶液滴定。当过量的硝酸汞所离解出的汞离子与二苯偶氮碳酰肼生成淡红色的络合物时，即为滴定终点。结果以 mg/kg 表示。

测定其氯含量的基本化学反应式为：



4 仪器和材料

4.1 氧弹应由耐热耐腐蚀的镍、铬、钼合金组成，并应具有下列性能：

- a) 不应受燃烧过程中出现的高温和腐蚀性产物的影响；
- b) 应能承受充氧压力和燃烧过程中产生的瞬间高压；
- c) 试验过程中应保持密封；
- d) 两电极间绝缘材料应承受不低于 100V 的电压。

4.2 新氧弹和更换新零件的氧弹，应经 20.0MPa 并保持 5min 的水压试验合格后方可使用。氧弹应定期进行水压试验，每次水压试验后，氧弹的使用时间不宜超过 2 年或 1000 次。

4.3 坩埚：宜为铂制品，也可为镍、铬、钢制品。规格宜为高 17mm、上部直径 26mm~27mm、底部直径 19mm~20mm、厚 0.5mm。其他合金钢或者石英制成的坩埚也可使用，在完全燃烧样品时，坩埚本身不应被腐蚀。

4.4 点火丝：可使用直径为 0.1mm 左右的铜丝、铁丝、镍丝、铬丝。

4.5 棉线：应为不涂蜡的白棉线，粗细均匀。

4.6 点火装置应符合下列要求：

- a) 宜采用 12V~24V 电源，并附有可调节电压的变压器；
- b) 点火丝在氧弹中应能瞬间被熔断；
- c) 点火装置应配有指示点火用的指示灯。

4.7 压力表与氧气导管应符合下列要求：

- a) 压力表应由两个表头组成，一个指示氧气瓶中的压力，另一个指示氧弹充氧时的压力；
- b) 表头应装有减压阀和保险阀；

- c) 氧弹充氧分压力表的量程不应低于使用压力的 1.5 倍;
- d) 氧气导管的内径宜为 1mm~2mm, 材质宜为无缝钢管或铜管;
- e) 压力表和各连接部分不应与油脂接触或使用润滑油。如有沾污, 应依次用苯和酒精清洗, 待风干后再用;
- f) 压力表应定期经计量部门检定。

4.8 分析天平: 精度 0.000 1g。

4.9 烧杯: 100、1000mL。

4.10 容量瓶: 1000mL。

4.11 锥形瓶: 500mL 或适用。

4.12 移液管: 2、10、50mL。

4.13 酸式微量滴定管: 2mL, 分度 0.01mL。

4.14 滴定管: 25mL, 分度 0.1mL。

4.15 广泛 pH 试纸。

5 试剂

5.1 试验用水应符合 GB/T 6682 规定的二级水要求。

5.2 过氧化氢: 分析纯, 浓度为 30%。

5.3 氢氧化钠: 分析纯, 配制成 0.1mol/L 溶液。

5.4 硝酸: 分析纯, 配制成 0.1mol/L 溶液。

5.5 乙醇: 分析纯。

5.6 二苯偶氮碳酰肼(二苯卡巴腓)指示剂: 配制成 0.5%乙醇指示液, 使用时间不超过 3 个月。

5.7 溴酚蓝指示剂: 配制成 0.1%乙醇指示液。

5.8 硝酸汞: 分析纯。

5.9 氯化钠: 基准试剂或优级纯。

6 准备工作

6.1 氯化钠标准溶液

6.1.1 0.02mol/L 氯化钠标准溶液制备: 将基准氯化钠在 105℃烘箱中烘 2h, 放置玻璃干燥器中冷却 0.5h 后, 称取 1.168 8g 于 100mL 烧杯中。加少量水溶解后转移到 1000mL 容量瓶中, 用水稀释至 1000mL。

6.1.2 0.001mol/L 氯化钠标准溶液制备: 取浓度为 0.02mol/L 氯化钠溶液 50mL, 放入 1000mL 容量瓶中, 用水稀释至 1000mL。

6.2 硝酸汞标准溶液

6.2.1 0.01mol/L 硝酸汞标准溶液制备: 将 3.44g 硝酸汞溶于 500mL 浓度为 0.1mol/L 硝酸溶液中, 静止 24h, 过滤后用水稀释至 1000mL。

6.2.2 0.000 6mol/L 硝酸汞标准溶液制备: 取浓度为 0.01mol/L 硝酸汞溶液 60mL, 用水稀释至 1000mL。并用 0.001mol/L 氯化钠溶液进行标定。

6.2.3 0.000 6mol/L 硝酸汞标准溶液的标定应按照下列步骤进行:

- a) 取 0.001mol/L 氯化钠标准溶液 25mL, 加入溴酚蓝指示剂 3 滴, 此时溶液呈蓝色, 用 0.1mol/L 硝酸中和至氯化钠标准溶液呈黄色, 继续加少量 0.1mol/L 硝酸溶液至氯化钠标准溶液的 pH 值为 3~4, 再加入二苯偶氮碳酰肼指示剂约 0.5mL。
- b) 用待标定硝酸汞标准溶液滴定至氯化钠标准溶液呈淡红色, 记录消耗的硝酸汞标准溶液的体积 V_1 , 准确至 0.01mL。
- c) 按 6.2.3 中 a) 和 b) 进行空白试验。空白试验时, 用试验用水替代氯化钠标准溶液。记录空白

试验消耗的硝酸汞标准溶液的体积 V_0 。

d) 按式 (1) 计算所标定的硝酸汞溶液的浓度:

$$C = \frac{25 \times 0.001}{2(V_1 - V_0)} \quad (1)$$

式中:

C ——硝酸汞标准溶液的浓度, mol/L;

V_1 ——消耗的硝酸汞标准溶液的体积, mL;

V_0 ——空白试验消耗的硝酸汞标准溶液的体积, mL;

25——氯化钠标准溶液的体积, mL;

0.001——氯化钠标准溶液的浓度, mol/L。

7 试验步骤

7.1 在坩埚中称取样品 0.4g~0.7g (准确至 0.000 1g)。

7.2 取一段点火丝, 将其两端分别与氧弹的两极连接, 再将盛有样品的坩埚放在支架上。调节点火丝的位置, 使其仅与样品接触。并注意勿使点火丝接触坩埚, 以免短路导致点火失败, 甚至烧坏坩埚。当用棉线点火时, 应将棉线的一段固定在已连接到两电极柱上的点火丝上 (最好夹紧在点火丝的中央), 另一端浸入油中。

7.3 用移液管在氧弹中加入浓度为 30% 的过氧化氢 2mL 和浓度为 0.1mol/L 的氢氧化钠溶液 10mL, 旋紧氧弹盖。

7.4 接上氧气导管, 缓慢地向氧弹中充入氧气, 至压力达到 3.0MPa。

7.5 将氧弹放入盛有冷水的烧杯中 (或其他符合要求的容器中), 水面应在氧弹盖下部, 接通氧弹点火电极引线。用手触及氧弹外壁感到发热或水的温度升高, 说明样品已经燃烧。

7.6 30min 后将氧弹从烧杯中取出, 擦干外壁水, 开启放气阀放气至压力为零。开启氧弹盖, 用 80mL~100mL 水分数次冲洗燃烧用坩埚、氧弹盖及氧弹内壁, 将每次冲洗后的冲洗液依次收集到锥形瓶中。

7.7 在收集的冲洗液中加入溴酚蓝指示剂 3 滴, 冲洗液呈蓝色或黄色。应对冲洗液进行下列处理:

- 冲洗液呈蓝色, 应用 0.1mol/L 硝酸中和至冲洗液呈黄色, 继续加少量 0.1mol/L 硝酸溶液至冲洗液的 pH 值为 3~4, 再加入二苯偶氮碳酰肼指示剂约 0.5mL;
- 冲洗液呈黄色, 用广泛 pH 试纸测冲洗液的 pH 值, 当冲洗液的 pH 值为 3~4 时, 直接加入二苯偶氮碳酰肼指示剂约 0.5mL; 当冲洗液的 pH 值小于 3~4 时, 加少量 0.1mol/L 氢氧化钠溶液至冲洗液的 pH 值为 3~4, 再加入二苯偶氮碳酰肼指示剂约 0.5mL。

7.8 用浓度约为 0.000 6mol/L 的硝酸汞标准溶液滴定至冲洗液呈淡红色, 记录消耗硝酸汞标准溶液的体积 V_2 , 准确至 0.01mL。

7.9 测定前应按 7.2~7.8 进行空白试验。空白试验时, 坩埚内不加样品。记录空白试验消耗的硝酸汞标准溶液的体积 V_3 。

8 计算

按式 (2) 计算样品中氯含量:

$$X = \frac{(V_2 - V_3) \times 3.546 \times c \times 2}{m} \times 10\,000 \quad (2)$$

式中:

X ——样品的氯含量, mg/kg;

V_2 ——试验消耗的硝酸汞标准溶液体积, mL;

V_3 ——空白试验消耗的硝酸汞标准溶液体积, mL;

c ——硝酸汞标准溶液的浓度, mol/L;

m ——样品的质量, g。

9 精密度

9.1 重复性: 对同一样品, 两次重复测定结果误差应小于 6mg/kg。

9.2 再现性: 对同一样品, 不同实验室测定结果误差应小于 27mg/kg。

10 报告值

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。

中 华 人 民 共 和 国
电 力 行 业 标 准
抗燃油中氯含量的测定 氧弹法

DL/T 433 — 2015

代替 DL/T 433 — 1992

*

中国电力出版社出版、发行

(北京市东城区北京站西街 19 号 100005 <http://www.cepp.sgcc.com.cn>)

北京九天众诚印刷有限公司印刷

*

2016 年 1 月第一版 2016 年 1 月北京第一次印刷

880 毫米×1230 毫米 16 开本 0.5 印张 10 千字

印数 0001—1500 册

*

统一书号 155123·2779 定价 9.00 元

敬告读者

本书封底贴有防伪标签，刮开涂层可查询真伪

本书如有印装质量问题，我社发行部负责退换

版 权 专 有 翻 印 必 究