

ICS 27.060.30
J 98



中华人民共和国国家标准

GB 24747—2009

GB 24747—2009

有机热载体安全技术条件

Safety technology conditions for heat transfer fluids

中华人民共和国
国家标准
有机热载体安全技术条件
GB 24747—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1.25 字数 28 千字
2009年12月第一版 2009年12月第一次印刷

*

书号: 155066·1-39449 定价 21.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB 24747—2009

2009-10-30 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

b) 旧油测定:最大滴加量 0.1 mL;最小滴加量不大于 0.005 mL(或者加液速率最大 0.5 mL/min;最小 0.05 mL/min);停止滴定体积为 20 mL。

A.5.6.3 滴定过程中 KOH 标准溶液采用动态添加模式或等量滴定模式,应使每次增量后电位变化的范围控制在 5 mV~15 mV。如果电位在 10 s 内变化小于 5 mV,加入下一滴,最长等待时间为 60 s。

A.5.6.4 当电位超过 EP 电位值 60 mV 以上,停止滴定。如果一阶导数上有超过静电噪声产生的最大峰时,识别为突跃点。自动滴定仪测定后将直接显示酸值的测定结果。

A.5.6.5 滴定结束后,应用混合溶剂仔细将电极清洗干净。尤其是配置有自动进样器的电位滴定仪,当测定黏度较大的旧油时,光靠自动清洗可能难以洗净电极,必要时应取下电极,手动进行仔细的清洗。

A.5.7 手动滴定方法

A.5.7.1 以合适的速度滴加 KOH 标准溶液,待反应至电位稳定后,记录标准溶液滴定体积,并读取此时的电位值。

A.5.7.2 滴定过程应按下列要求控制:

a) 新油的测定:

- 1) 为了得到更好的精确度,KOH 标准溶液浓度应采用 0.02 mol/L 或者更小的浓度;手动滴定管(最小分度 0.01 mL)宜换为自动滴定管(最小分度 0.001 mL),以得到更小的 KOH 标准溶液的添加量;
- 2) 滴定过程中,如果 KOH 标准溶液每增加 0.05 mL,电位变化小于 10 mV,可适当地增大每次的滴加量,使产生的电位变化约等于 10 mV;如果 KOH 标准溶液每增加 0.05 mL 时,电位值变化大于 10 mV,则每次滴加量要减少至 0.01 mL 或更少,直到每次增量后的电位变化小于 5 mV,并且仪器显示电位值已经超过 EP 电位值为止。

b) 旧油的测定:

滴定过程中,如果 KOH 标准溶液每增加 0.1 mL,电位变化小于 20 mV,可适当地增大每次的滴加量,使产生的电位变化约等于 20 mV;如果 KOH 标准溶液每增加 0.1 mL 时,电位值变化大于 20 mV,则每次滴加量要减少至 0.02 mL 或更少,直到每次增量后的电位变化小于 5 mV,并且仪器显示电位值已经超过 EP 电位值为止。

A.5.7.3 记录 KOH 标准溶液消耗体积和对应的电位值。当 EP 电位值附近出现明显突跃时为终点。如果突跃不明显或者没有突跃时,以 EP 电位值为终点。

A.6 计算

自动滴定和手动滴定都可按式(A.2)计算酸值。

$$S = (V - V_0) \times c(\text{KOH}) \times 56.1/m \quad \dots\dots\dots (\text{A.2})$$

式中:

S ——有机热载体酸值,单位为毫克每克,以氢氧化钾计[mg/g(以 KOH 计)];

V ——滴定终点时 KOH 标准溶液消耗体积,单位为毫升(mL)。如果有突跃点时,终点是最接近 EP 电位值突跃点所消耗的体积;当突跃点不明显或没有时,终点为滴定至 EP 电位值所消耗的体积;

V_0 ——混合溶剂空白消耗体积,单位为毫升(mL);

$c(\text{KOH})$ ——KOH 标准溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

56.1——KOH 摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

m ——样品质量,单位为克(g)。

A.7 注意事项

A.7.1 滴定后的电极处理

不管采用自动滴定还是手动滴定,每次滴定终止后,都需用混合溶剂将电极清洗干净,并将电极在

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 一般要求	3
5 质量指标和试验方法	4
6 判定与处置	5
7 检验周期和取样	6
8 混用	6
9 回收处理	7
10 传热系统的清洗	7
11 更换与废弃	7
附录 A (规范性附录) 有机热载体酸值测定法(电位滴定法)	8

二甲酸氢钾中加入 2 滴 1% 酚酞指示剂,用氢氧化钾标准溶液滴定至溶液呈粉红色(10 s 不褪色),另取 60 mL 二级水作空白。记录氢氧化钾消耗体积,然后按式(A.1)进行计算。

$$c(\text{KOH}) = \frac{m \times 1\,000}{(V_1 - V_0) \times 204.2} \text{ mol/L} \quad \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中:

$c(\text{KOH})$ ——氢氧化钾标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——滴定邻苯二甲酸氢钾时消耗的氢氧化钾溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验消耗氢氧化钾溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——邻苯二甲酸氢钾的质量,单位为克(g);

204.2——邻苯二甲酸氢钾($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$)的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

A.3.11.3 标准溶液平行标定的误差应小于 0.000 5 mol/L。由于空气中的 CO_2 易影响氢氧化钾标准溶液浓度的准确性,因此标准溶液应经常进行标定(一般每月至少一次)。

警告:异丙醇、甲苯等试剂都是有毒物质,应严防入口或溅在皮肤及眼睛内,溶液配制及测定过程应在通风橱中进行,并戴好防护眼镜、乳胶手套、防毒口罩等防护用品。

A.4 电极系统

A.4.1 电极准备

A.4.1.1 滴定所用 Ag/AgCl 参比电极,应采用氯化锂电极填充液,否则需更换。方法为:排空电极中原有的电解液,用氯化锂电极填充液清洗数次,最后充满氯化锂电极填充液。复合电极也做同样处理。

A.4.1.2 电极电位的检测:新电极、久置的电极或者新安装的电位滴定仪首次使用时,都要进行电极电位的检测,之后也要定期进行检测。

检测方法:先用混合溶剂清洗电极,再用二级水清洗后用滤纸吸干电极上的水滴。将电极浸入 $\text{pH } 4 \pm 0.02$ 标准缓冲液中,搅拌 1 min 后读取电位值(mV 数);取出电极依次用二级水及 $\text{pH } 7$ 缓冲液淋洗后,再浸入 $\text{pH } 7 \pm 0.02$ 标准缓冲液中,搅拌 1 min 后读取电位 mV 数,计算两次测定的电位差值。良好的电极系统的差值最小为 158 mV ($20\text{ }^\circ\text{C} \sim 25\text{ }^\circ\text{C}$)。如果小于 158 mV,打开电极液接部位保护套,确认电极填充液可以自由流出,重新测量。如果还是小于 158 mV,清洗或者更换电极。

A.4.1.3 当采用两电极或参电极时,测量电极和参比电极应被认为是一体的。如果其中一支改变了,则这一电极体系也改变了,需要重新测试。

A.4.1.4 每次使用前,应先将电极在微酸性水中浸泡 5 min 以上,再用二级水清洗,然后再用混合溶剂清洗后进行测定。

A.4.1.5 电极不使用时,应将电极浸泡在氯化锂电极填充液中(球泡应完全浸没)。使用时,可将电极存放在 $\text{pH } 4.5 \sim 5.5$ 的微酸性水中。注意:在两次滴定之间如相隔较长的时间(超过 1 h),尽量不要将电极浸在混合溶剂中。

A.4.2 EP 电位值的校正

A.4.2.1 定期用新鲜的 $\text{pH } 11 \pm 0.02$ 标准缓冲溶液校正电极,以确保当滴定曲线上没有明显突跃点时可以正确判定终点。因为不同的玻璃电极对氢离子活度的响应不完全一样,因此每个电极都应定期用 $\text{pH } 11 \pm 0.02$ 标准缓冲溶液校正 EP 电位值。

A.4.2.2 将电极浸入 $\text{pH } 11 \pm 0.02$ 标准缓冲溶液中,搅拌约 5 min,控制测量过程中缓冲溶液的温度变化在 $2\text{ }^\circ\text{C}$ 以内,读取电位值。该电位值即 EP 电位值,可作为试样测定过程中,找不到滴定曲线突跃点时酸值的滴定终点。

A.5 酸值的测定

A.5.1 标准溶液预备

测定前,KOH 标准溶液需要进行循环或者溃液(将管内的空气排出,并确保滴定管内充满标准溶

前 言

本标准第 4 章、第 5 章、第 6 章和第 7 章,8.1、8.3、8.5、9.2、10.2 和 10.3 为强制性的,其余为推荐性的。

本标准与 DIN 51529《在用有机热载体的试验与评价》的一致性程度为非等效。

本标准的附录 A 为规范性附录。

本标准由全国锅炉压力容器标准化技术委员会(SAC/TC 262)提出并归口。

本标准起草单位:中国锅炉水处理协会、中国特种设备检测研究院、中国石化股份有限公司石油化工科学研究院、宁波市特种设备检验研究院、广州市特种承压设备检测研究院、江苏省特种设备安全监督检验研究院常州分院、苏州首诺导热油有限公司。

本标准主要起草人:王骄凌、周英、窦文宇、杨麟、胡月新、梁红、卜小平、顾洁。

本标准为首次发布。