

ICS 75.100

E 40

SH

中华人民共和国石油化工业标准

NB/SH/T 0430—2019

代替 SH/T 0430—1992

制动液平衡回流沸点测定法

**Standard test method for determination of equilibrium reflux
boiling point of motor vehicle brake fluid**

2019-11-04 发布

2020-05-01 实施

国家能源局 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 SH/T 0430—1992 《刹车液平衡回流沸点测定法》。本标准与 SH/T 0430—1992 相比，除编辑性修改外主要变化如下：

——将标准名称修改为《制动液平衡回流沸点测定法》，与国际通行叫法一致；

——增加湿平衡回流沸点测定的相关要求。

本标准由中国石油化工集团有限公司提出。

本标准由全国石油产品和润滑剂标准化技术委员会合成油脂分技术委员会（SAC/TC280/SC5）归口。

本标准由中国石化润滑油有限公司合成油脂分公司、交通运输部公路科学研究院负责起草。

本标准主要起草人：程君莉、石国辉、焦健。

本标准历次版本发布情况为：

——SH/T 0430—1992。

制动液平衡回流沸点测定法

警告：本标准可能涉及某些危险性的材料、操作和设备，但是无意对与此有关的所有安全问题都提出建议，因此，使用者在应用本标准之前应建立适当的安全和防护措施，并确定相关规章限制的适用性。

1 范围

本标准规定了机动车辆制动液平衡回流沸点和湿平衡回流沸点的测定方法。
本标准适用于测定机动车辆制动液的平衡回流沸点。

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，仅所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 514 石油产品试验用玻璃液体温度计技术条件

GB/T 6682—2008 实验室用水规格

GB/T 11133 石油产品、润滑油和添加剂中水含量的测定 卡尔费休库仑滴定法

GB/T 28113 工业用双酚 A

SH/T 0086 发动机冷却液的浓缩液中水含量测定法（卡尔·费休法）

SH/T 0246 轻质石油产品中水含量测定法（电量法）

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

平衡回流沸点 equilibrium reflux boiling point

液体试样在冷凝回流系统中开始沸腾，并在大气压下处于平衡回流状态时的温度。

4 方法概要

4.1 平衡回流沸点：60mL 试样在 100mL 烧瓶内与大气压平衡，并在一定回流速度条件下沸腾，测定平衡回流时的液体温度，并校准成标准大气压下的液体温度。

4.2 湿平衡回流沸点：采用 A 法或 B 法对试样增湿后，测定增湿后含水混合液的平衡回流沸点。A 法是将 350mL 试样与 350mL 湿度控制液（6.3）分别盛入两个完全相同的腐蚀试验杯（5.6），放入同一增湿器（5.7）中增湿，当湿度控制液的水含量达到 $3.70\% \pm 0.05\%$ 时，试样完成增湿；B 法是直接在 60mL 试样中注入 2.1mL 蒸馏水，混合均匀后，试样完成增湿。

5 仪器

5.1 沸点测定仪（见图 1）。

5.2 烧瓶：100mL 圆底短颈耐热玻璃烧瓶（见图 2）。

- 5.3 冷凝管：冷凝夹套长 200mm，下端有一 19 号标准磨塞，端面为倾斜口的直形内芯冷凝管。
- 5.4 温度计：符合 GB/T 514 中 GB-28 的要求。

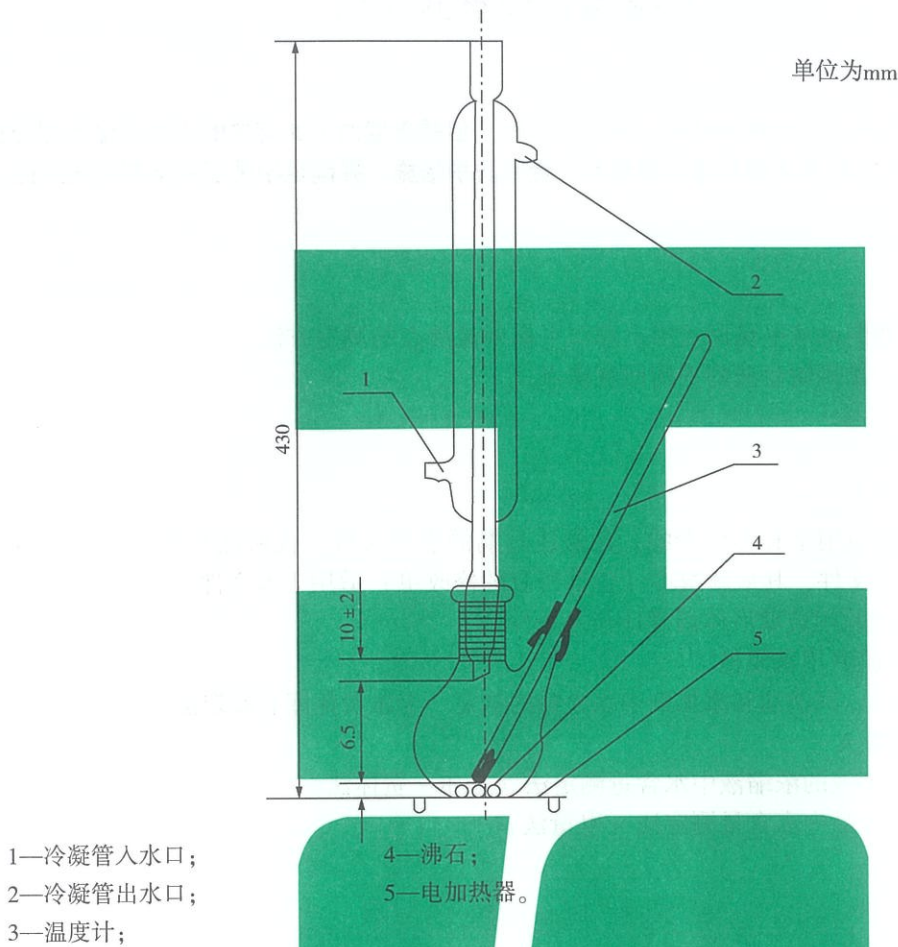


图 1 沸点试验仪

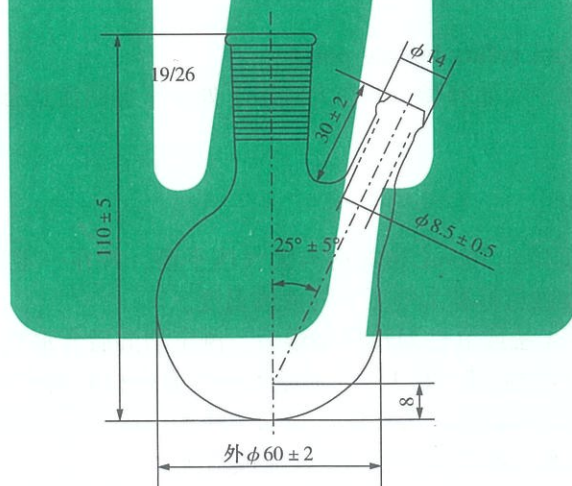


图 2 100mL 短颈烧瓶

- 5.5 电加热器：满足 9.1.1 加热要求的电加热器（带有石棉金属网）或电加热套。
- 5.6 试验杯：直圆柱形带边玻璃烧杯，内径 75mm~80mm，高约 100mm，容积 475mL~500mL，杯盖

为镀锡钢盖（见图3）。

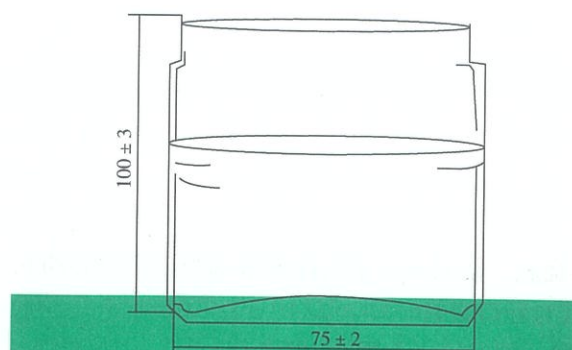
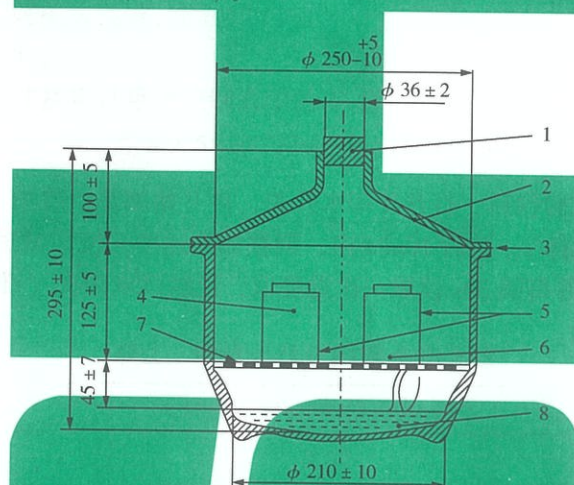


图3 试验杯

5.7 增湿器：两个内径250mm，总高约295mm的玻璃干燥器，干燥器盖顶部开孔配8号橡胶塞，干燥器内配有直径为230mm陶瓷孔板（见图4）。



- 1—橡胶塞；
- 2—带孔盖玻璃干燥器；
- 3—润滑接触面；
- 4—三乙二醇单甲醚；

- 5—腐蚀试验杯；
- 6—液体样品；
- 7—带孔干燥器隔板；
- 8—蒸馏水。

图4 增湿器

5.8 量筒：100mL（量出式）。

5.9 烘箱：控制温度 $50^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 。

5.10 水含量测定仪：满足 GB/T 11133、SH/T 0086 或 SH/T 0246 方法要求。

5.11 吸量管或微量滴定管：5mL。

5.12 秒表：精度 0.1s。

6 试剂和材料

6.1 沸石：粒径 2mm~3mm 碳化硅。

6.2 蒸馏水：符合 GB/T 6682—2008 中三级水要求。

6.3 双酚 A：符合 GB/T 28113 要求。

6.4 湿度控制液：在含量大于 94%（质量分数）的三乙二醇单甲醚（水含量控制在 $0.50\% \pm 0.05\%$ ）中，加入 0.25%（质量分数）的双酚 A。

7 样品

试样不少于 1000mL。

8 准备工作

8.1 把温度计通过侧管插入烧瓶，使温度计水银球的末端距瓶底中心约 6.5mm，用一短胶皮管或其他适用材料套在温度计上，使其与管口密封。

8.2 在烧瓶中加入 60mL 试样，同时放入 3 颗~4 颗沸石。

8.3 烧瓶与清洁、干燥的冷凝管通过磨口相连接，置于电加热器上石棉金属网中心（或电加热套）中，连接好冷却水的进出管。

9 试验步骤

9.1 平衡回流沸点测定

9.1.1 按图 1 组装好沸点试验仪后，打开冷却水开关，再开始加热，要使试样在 15min 内被加热至沸腾，回流速率达到 1 滴/s~5 滴/s。其后 10min 内，调整加热速率，使回流速率达到 1 滴/s~2 滴/s，保持此恒定的回流速率 2min，并每隔 30s 读取一次温度值，连续读取四次（准确到 0.2℃）。

9.1.2 记录温度和大气压力。

9.2 湿平衡回流沸点测定

9.2.1 A 法（增湿法）：

9.2.1.1 用抗水密封脂润滑两个增湿器的磨口，在每一增湿器中加入 450mL±10mL 蒸馏水，放上陶瓷孔板，盖上盖。

9.2.1.2 准备四只干燥洁净的腐蚀试验杯，其中两只分别加入 350mL±5mL 制动液试样，另两只分别加入 350mL±5mL 的湿度控制液。在每一个增湿器中同时放入一只盛有制动液样品的腐蚀试验杯和一只盛有湿度控制液的腐蚀试验杯，盖上增湿器盖（腐蚀试验杯应敞开放置），放入温度控制在 50℃±1℃ 的烘箱中。每隔一段时间，拔开干燥器顶部的橡胶塞，按 SH/T 0246（或是 GB/T 11133 和 SH/T 0086）测定其水含量。在增湿过程中，抽取的湿度控制液总量不能多于 10mL。

9.2.1.3 当湿度控制液含水量（质量分数）达到 3.70%±0.05%（重复样的平均值）时，从增湿器中取出盛有制动液试样的腐蚀试验杯，盖上盖，移入一密闭容器中，并迅速盖紧容器，使其在 23℃±5℃ 下冷却 60min~90min。然后按 9.1.1 和 9.1.2 测定试样的平衡回流沸点。

9.2.1.4 记录所测温度和大气压力。

9.2.2 B 法（加水法）：

9.2.2.1 取 60mL 的制动液试样置于沸点测定仪中的短颈烧瓶中，使用 5mL 吸量管或 5mL 微量滴定管加入 2.1mL 的蒸馏水，混合均匀，按 9.1.1 和 9.1.2 测定其平衡回流沸点。

9.2.2.2 记录所测温度和大气压力。

10 计算

10.1 按式（1）计算平衡回流沸点 T_{ERBP} ：

$$T_{\text{ERBP}} = T_{\text{示}} + \Delta t_{\text{修}} + C_c \tag{1}$$

式中：

- T_{ERBP} ——过温度计和大气压修正后的平衡回流沸点，℃；
- $T_{\text{示}}$ ——连续四次沸点读数的平均值，℃；
- $\Delta t_{\text{修}}$ ——温度计检定证书上对应的修正值，℃；
- C_c ——校正到标准大气压的沸点修正值，℃。

10.2 C_c 值可按式（2）或式（3）计算，也可从表 1 查得。

10.2.1 按式（2）计算以法定计量单位制表示的 C_c 值：

$$C_c = \frac{9.5 \times 10^{-5} \times (1.01325 \times 10^5 - P) (273 + t_c)}{1.33322 \times 10^2} \tag{2}$$

式中：

- 9.5×10^{-5} ——单位压力及单位温度变化所引起的沸点变化系数；
- P ——测定沸点时的大气压，Pa；
- t_c —— $T_{\text{示}} + \Delta t_{\text{修}}$ ，℃。

10.2.2 按式（3）计算以非法定计量单位制表示的 C_c 值：

$$C_c = 9.5 \times 10^{-5} (760 - P') (273 + t_c) \tag{3}$$

式中：

- 9.5×10^{-5} ——单位压力及单位温度变化所引起的沸点变化系数；
- P' ——测定沸点时的大气压，mmHg；
- t_c —— $T_{\text{示}} + \Delta t_{\text{修}}$ ，℃。

表 1 单位大气压的沸点修正值

t_c	1Pa 大气压差的修正值 $\times 10^{-4}$	1mmHg 大气压差的修正值 $\times 10^{-2}$
<100℃	2.25	3.00
100℃ ~ 190℃	2.92	3.90
>190℃	3.00	4.00

11 报告

11.1 平衡回流沸点：重复测定两个结果的算术平均值，作为测定结果，准确到 0.2℃。

11.2 湿平衡回流沸点：

11.2.1 A 法（增湿法）：如果两个平衡回流沸点测定值相差在 4℃ 以内，取其平均值作为测定的湿平衡回流沸点；否则，重复全部试验过程并且取所测定的四个平衡回流沸点的平均值，作为制动液的湿平衡回流沸点。准确到 0.2℃。

11.2.2 B 法（加水法）：取两个平衡回流沸点测定结果的算术平均值，作为测定样品的湿平衡回流沸点，准确到 0.2℃。

12 精密度

12.1 平衡回流沸点：用下列数值来判断试验结果的可靠性（95%置信水平）：

12.1.1 重复性：同一分析者在不同时间获得的两个结果（每一双样的平均值）之差，不应超过表 2 所列数值。

12.1.2 再现性：不同实验室的分析者所获得的结果（每一双样的平均值）之差，不应超过表 2 所列数值。

表 2 重复性和再现性数值

平衡回流沸点,℃	重复性,℃	再现性,℃
<205	≤1.5	≤4.0
205~232	≤2.0	≤5.0
>232	≤4.0	≤10.0

12.2 湿平衡回流沸点试验结果的精密度如下：

12.2.1 A 法（增湿法）：增湿法试验结果的重复性和再现性尚未建立。

12.2.2 B 法（加水法）：加水法试验结果的重复性：同一分析者在不同时间获得的两个结果（每一双样的平均值）之差，不大于 1.5℃。加水法试验结果的再现性尚未建立。