



中华人民共和国国家标准

GB/T 21789—2008/ISO 13736:1997

石油产品和其他液体闪点的测定 阿贝尔闭口杯法

Petroleum products and other liquids—
Determination of flash point—Abel closed cup method

(ISO 13736:1997, IDT)



2008-05-12 发布

2008-09-01 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

前 言

本标准等同采用 ISO 13736:1997《石油产品和其他液体闪点的测定——阿贝尔闭口杯法》(英文版)。

为便于使用,本标准作了如下编辑性修改:

- 取消了国际标准的前言,增加了我国标准的前言;
- 为便于使用,部分规范性引用文件改为采用我国相应的行业标准;
- “本国际标准”一词改为“本标准”;
- 原文中的附录 E 改为参考文献。

本标准附录 A、附录 B、附录 C、附录 D 为规范性附录。

本标准由全国危险化学品管理标准化技术委员会(SAC/TC 251)提出并归口。

本标准起草单位:广东出入境检验检疫局、辽宁出入境检验检疫局、中国石油股份有限公司石油化工科学研究院。

本标准主要起草人:张海峰、梁妙玲、陈强、钟志光、张震坤、谭智毅、陈洁、彭速标、郑建国、黎庆翔。

本标准首次发布。

石油产品和其他液体闪点的测定

阿贝尔闭口杯法

警告:本标准使用中可能涉及危险品和设备。本标准不会专门指出在其使用中会出现的相关安全问题。应由本标准的使用者来确定相应的安全和健康措施,并制定使用前其受规章限制的可行性。

1 范围

本标准规定了采用闭口杯法测定闪点在 $-30^{\circ}\text{C}\sim 70^{\circ}\text{C}$ 间的石油产品和其他液体的方法。本标准的精密度仅适用于闪点在 $-5^{\circ}\text{C}\sim 66.5^{\circ}\text{C}$ 的样品。

本标准不适用于水性涂料,水性涂料可按 ISO 3679 进行测试。

注 1: 本标准适用于测量并描述被测物质、产品或混合物在控制试验条件下受热或接近火焰时的属性,不适用于描述或评价实际燃烧条件下物质、产品或混合物的火灾危害性或火险情况。但测试结果可作为火险评价的因素之一。

注 2: 闪点作为用于定义“可燃物质”和“易燃物质”的分级参数,用于运输、储存、操作和安全规定方面。分级的精确定义见各自的特定规程。

注 3: 闪点可指出在相对不易挥发或不易燃基体中存在易挥发性物质的可能性。

注 4: 由于需对小部分易挥发性物质的存在进行检测,所以接收样品后首先应进行闪点测试。

注 5: 含有卤素化合物的液体可能出现异常的结果。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

SY/T 5317—2006 石油液体管线自动取样法(ISO 3171:1988,IDT)

ISO 3170:1988 石油液体——手工取样法

ISO 3679:1983 油漆,亮光漆,石油和相关产品——闪点的测定——快速平衡法

3 术语和定义

下列定义适用于本标准。

3.1

闪点 flash point

在规定试验条件下,样品蒸气接触火焰并引起闪燃的最低温度(修正到 101.3 kPa 标准大气压下)。

4 原理

试样放入阿贝尔闪点仪的样品杯中以规定的速度加热。测试小火焰按规定的的时间间隔导入样品杯内,火焰使试样上方蒸气点燃并在样品杯中有明显的闪燃的最低温度作为闪点。

注: 闪点在 $-30^{\circ}\text{C}\sim 18.5^{\circ}\text{C}$ 范围与闪点在 $19^{\circ}\text{C}\sim 70^{\circ}\text{C}$ 范围的测试步骤将分别做详细说明。

5 试剂和材料

5.1 溶剂,用于清除样品杯上少量残余样品的低挥发性芳烃溶剂(不含苯)

溶剂的选择取决于前一个样品及残渣的黏性。混合溶剂如甲苯-丙酮-甲醇(TAM)是清洗胶质类沉积物的良溶剂。

5.2 加入抗腐蚀剂的乙二醇(乙烯基乙二醇)或丙三醇

5.3 硅润滑剂

6 仪器

6.1 阿贝尔闪点仪

使用附录 A 中的阿贝尔石油测试仪。

如使用自动测试仪器,应遵循厂商关于校准、检定和仪器操作的全部指南进行。如有争议时,则以手动仪器测试闪点为仲裁方法。

注:自动测试仪器若验证了其所获得的结果与手动方法的结果一致时可使用。

6.2 测试杯温度计

使用符合附录 C 中规格要求的测试杯温度计。温度计应固定在如附录 B 所示的套筒上。

6.3 加热浴温度计

使用符合附录 C 中规格要求的加热浴温度计。温度计应固定在如附录 B 所示的套筒上。

6.4 低温温度计

使用符合附录 C 中规格要求的低温温度计,或精度不低于温度计的热电偶。

6.5 计时器

可用下面其中一种:

- a) 节拍器,频率 75 次/min~80 次/min;
- b) 钟摆器,有效长度 610 mm,以从一个末端摆至另一末端为一个计算频率;
- c) 电动/电子计时器,测量精度达到 0.75 s~0.80 s 或 1 s。

6.6 气压计

使用动槽式(Fortin)或其他合适的气压计,精确至 0.1 kPa。不要使用已预先校正到标准大气压的气压计,例如气象站和机场用的无液气压计。

6.7 冷却浴

使用液体,金属块,或循环冷却器。

6.8 测试杯绝热体

使用泡沫塑料套子,或毛纺材料。

7 取样

7.1 取样应按照 ISO 3170:1988 或 SY/T 5317—2006 的规定采取样品,密封存放于所采取样品适用的容器中。

7.2 样品不应被采取或存放于塑料容器中,因挥发性物质可能通过容器壁散发,或与容器反应。

8 仪器准备

将阿贝尔闪点仪放在平稳的桌面上。除非试验在无气流的房间内进行,否则需要在仪器的三面使用防护罩,每一边大约宽 450 mm,高 600 mm。

9 仪器检定

根据附录 D 对仪器进行定期检定。

10 步骤

10.1 液体闪点在 -30°C ~ 18.5°C 范围内的测定步骤

10.1.1 在测试过程中,通过气压计(6.6)记录实验室环境压力,记录气压计周围的环境温度。

10.1.2 用等体积乙二醇(5.2)和水的混合溶液或较高比例的丙三醇(5.2)和水的混合溶液将加热浴注满,将包围测试杯的空气夹层注至深度不少于 38 mm。

10.1.3 使用冷却浴(6.7)或循环冷却器,调整加热浴温度至 -35°C ,或至少低于被测物质预期闪点 9°C ,选二者较高的温度。用低温温度计(6.4)测量其温度。必要时进行闪点试探性试验。

降温时,或手动,或机械,或者以通过一根温度计套筒插入到加热浴底部的导管导入到加热浴的柔和空气流的方式,搅拌加热器中的水/乙二醇混合液或水/丙三醇混合液。

警告: 佩戴护眼装备以防液体混合过程中液滴飞溅或液体可能溢出的危险。

10.1.4 从容器中取出样品前,应在 -35°C 或低于预期闪点至少 17°C 的任一较高温度环境下的冷却浴或冰箱中冷却置于容器中的样品。用附有低温温度计(6.4)或适合的热电偶、气密性好的盖子取代样品容器原有的盖子检查样品温度,达到要求的温度后以原先的盖子取代附有温度计的盖子进行密封。保持样品在此温度或更低温度下,直到闪点测试完成。

冷却液体时要在高于其结晶点的温度下冷却。

10.1.5 用合适的溶剂(5.1)把测试杯中硅润滑剂的痕迹或前一次试验的残留物清洗干净,用洁净空气干燥。将低温温度计(6.4)插入测试杯盖中。将测试杯和盖装好,但不要紧闭。装入测试杯绝热体(6.8),放入冷却浴或冰箱里冷却至温度计显示 -35°C 或至少低于预期闪点 17°C 以下的任一较高的温度。

如使用液体冷却浴,应确保可对闪点测定造成影响的冷却液及其蒸气在整个样品测试过程不会进入测试杯。

注1: 当冷却测试杯和盖子时,使用填充乙醇或甲苯的低温温度计可避免出现水银温度计在冷冻情况下结冰和破裂的情况。

注2: 有水沾湿的盖子或测试杯冷却到 0°C 以下时会产生冰粘现象(如滑盖被粘附),因此在温度降至 0°C 以下前用抹布或吸水纸擦干仪器以防止结冰,同样改用测试杯绝热体(6.8)套子以及用硅润滑剂(5.3)润滑测试杯外表面也可减少结冰。

10.1.6 把加热浴放置在稳固平面上。把测试杯放在仪器内(见附录 A.2)并用测试杯温度计(6.2)取代低温温度计。移开盖子加注未经摇动的样品,直到测试杯内填充至标记线位置,尽量避免形成气泡。加注样品后不要移动仪器。将盖子放到测试杯上并推下至适合位置。点燃测试火焰,调节火焰大小至其直径约 3.8 mm,在试验过程中经常与安装在测试杯盖子上的白色投影珠进行比较,保持火焰大小一致。

10.1.7 移开加热浴上低温温度计并插入加热浴温度计(6.3)。

10.1.8 升温加热浴,使测试杯中样品以 $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升温。向下戳进样品,以约 0.5 r/s (30 r/min)或样品黏度所允许的最接近的速度顺时针搅动样品。测试黏性样品时应确保搅拌动作未使样品超过加注标记线。在测试过程持续以平稳的方式搅拌,但在使用测试火焰时不能搅拌。

10.1.9 当测试样品的温度达到 -35°C 或至少低于预期闪点 9°C 时启动计时器(6.5),在计时器敲打三次时间内缓慢匀速地打开滑盖,使用测试火焰,在第四次敲打时关闭滑盖。如果使用以秒为单位校准的电子计时装置,应以 2 s 为一周期,缓慢匀速地打开滑盖使用测试火焰,后 1 s 内关闭。

如果发生闪燃则中断测试,放弃测试样品,按照 10.1.3 处理,在 -35°C 或至少低于之前开始温度 17°C 的二者中较高温度下重新测试。如果未发生闪燃,按照 10.1.10 处理。如果在低于 -30°C 时闪燃,则中断测试,记录并报告实际情况。

10.1.10 以每升高 0.5°C 使用一次测试火焰的方式直到测试杯内有明显的闪燃出现,或直到温度达到 18.5°C 的修正温度。若闪燃发生,记录发生闪燃时样品的温度。

注: 当大火焰出现时并即时在其表面进行自身扩散则认为测试样品已发生闪燃。

不要将真实闪点的闪燃与在测试火焰周围时而出现的蓝色光晕或在点火中引起真实闪燃的扩大火焰相混淆。

10.1.11 在测试火焰引起测试杯内有明显火焰出现时,记录此时温度计读数为观察闪点。

10.2 液体闪点在 19℃~70℃ 范围内的测定步骤

10.2.1 在测试过程中,通过气压计(6.6)记录实验室环境压力,记录气压计周围的环境温度。

10.2.2 将加热浴完全注满水,并将测试杯周围的空气夹层注至深度不少于 38 mm 的水。

10.2.3 使用冷却浴(6.7)或循环冷却器,调整加热浴的温度至 10℃ 或至少低于预期闪点 9℃,选二者之中较高温。必要时则进行闪点试探性试验。

10.2.4 从容器中取出样品前,应在 2℃ 或低于预期闪点至少 17℃ 的任一较高温环境下的冷却浴或冰箱中冷却置于容器中的样品,必要时放在冷浴或冰箱中。保持样品在此温度或更低温度下,直到闪点测试完成。

10.2.5 用合适的溶剂(5.1)把测试杯中硅润滑剂的痕迹或前一次试验的残留物清洗干净,用洁净空气干燥。将测试杯温度计(6.2)插入测试杯盖中。将测试杯和盖装好,但不要紧闭,放入冰箱或冷浴里冷却至温度计显示 2℃ 或低于预期闪点 17℃ 的二者中的较高温。

如使用液体冷却浴,应确保可对闪点测定造成影响的冷却液及其蒸汽在整个样品测试过程不会进入测试杯。

10.2.6 把加热浴放置在稳固平面上。把测试杯放在仪器内(见附录 A.2)。移开盖子加注未经摇动的样品,直到测试杯内填充至标记线位置,尽量避免形成气泡。加注样品后不要移动仪器。将盖子放到测试杯上并推下至适合位置。点燃测试火焰,调节火焰大小至其直径约 3.8 mm,在试验过程中经常与安装在测试杯盖子上的白色投影珠进行比较,保持火焰大小一致。

10.2.7 升温加热浴,使测试杯中样品以 1℃/min 的速率升温。向下戳进样品,以约 0.5 r/s(30 r/min)、或样品黏度所允许的最接近的速度顺时针搅动样品。测试黏性样品时应确保搅拌动作未使样品超过加注标记线。在测试过程持续以平稳的方式搅拌,但在测试火焰时不能搅拌。

10.2.8 当测试样品的温度达到 10℃ 或至少低于预期闪点 9℃ 时启动计时器(6.5),在计时器敲打三次时间内缓慢匀速地打开滑盖,使用测试火焰,在第四次敲打时关闭滑盖。如果使用以秒为单位校准的电子计时装置,应以 2 s 为一周期,缓慢匀速地打开滑盖使用测试火焰,后 1 s 内关闭。

如果发生闪燃则中断测试,放弃测试样品,按 10.1.2 或 10.1.3 处理,并在至少低于之前开始温度 17℃ 的温度下重新开始测试。如果未发生闪燃,按 10.2.9 处理。

10.2.9 以每升高 0.5℃ 使用一次测试火焰的方式直到测试杯内有明显的闪燃出现,或直到温度达到 70℃ 的修正温度。若闪燃发生,记录发生闪燃时样品的温度。(见 10.1.10 注)

不要将真实闪点的闪燃与在测试火焰周围时而出现的蓝色光晕或在点火中引起真实闪燃的扩大火焰相混淆。

10.2.10 在测试火焰引起测试杯内有明显火焰出现时,记录此时温度计读数为观察闪点。

11 计算

11.1 如果 10.1.1 或 10.2.1 中气压计的读数单位不是千帕(kPa),使用下列方式进行换算:

——以千帕(kPa)为单位的气压计读数等于以百帕(hPa)为单位的气压计读数乘以 0.1;

——以千帕(kPa)为单位的气压计读数等于以毫巴(mbar)为单位的气压计读数乘以 0.1;

——以千帕(kPa)为单位的气压计读数等于以毫米汞柱(mmHg)为单位的气压计读数乘以 0.133 322。

注:为了修正标准气压下的闪点值,不必要将气压表读数修正到 0℃ 时气压。但是有些气压表本来已设计为自动修正为 0℃ 时的气压。

11.2 计算修正闪点 T_c ,使用下列方程。

$$T_c = T_o + 0.25(101.3 - P)$$

式中：

T_0 ——观察闪点，单位为摄氏度(℃)；

P ——0℃时气压，单位为千帕(kPa)。

注：实际过程中 4 kPa 相当于闪点温度变化 1℃。

12 结果表示

报告修正后的结果，准确到 0.5℃。

13 精密度

13.1 重复性 r

同一操作者用同一仪器在相同的操作条件下对同一测试材料两次连续测试结果的差值，在按照测试方法正确操作的前提下，20 次测试中只会有一次超过下列数值：

$$r = 1.0^{\circ}\text{C}$$

13.2 再现性 R

不同实验室不同操作人员对同一测试材料分别获得的两次测试结果的差值，在按照测试方法的标准正确的操作前提下，20 次测试中只会有一次超过下列数值：

$$R = 1.5^{\circ}\text{C}$$

注：13.1 和 13.2 引用的精密度值适用于闪点范围在 -5℃~66.5℃ 的闪点测定。

14 测试报告

测试报告至少应包括下列信息：

- a) 注明本标准编号；
- b) 测试样品进行完全鉴定所需的详细数据；
- c) 测试结果(见第 12 章)；
- d) 测试程序中规定允许或不允许的偏差；
- e) 测试日期。

附 录 A
(规范性附录)
阿贝尔闪点仪

仪器应由如下所示的测试杯、盖子套件和加热浴构成。

A.1 测试杯

测试杯用黄铜按图 A.1 所示形状尺寸制成。

量表包括向上弯曲并最后成为一点的棒，并应在测试杯内沿杯壁的位置用银焊或铜焊固定。

A.2 测试杯盖套件

测试杯应配有黄铜制成按图 A.1 所示尺寸形状的固定的盖子。向下突出边缘刚好达到测试杯上的边缘，用银焊或铜焊固定在其位置上。

在盖子上应安装温度计套筒，搅拌器衬套，支撑测试气体喷射的耳轴，一双可以滑动的导槽和一颗白珠。盖顶上应刺穿三个成矩形的直径对称的孔，其中一个在正中，另外两个尽量接近环的内边，并彼此相对。

这三个孔可以通过经处理过的合适的滑动导槽进行开启或关闭。滑动条应有两个穿孔，一个相应地在盖的中间的孔，另一个在盖边上的其中一个孔里。滑动的动作应用适合的塞子来限制，它的长度和孔的位置也应如此，盖上在外面的孔滑动完全打开同时，里面的孔完全关闭。

支撑测试气体喷射装置的耳轴应装在导槽的顶端，气体喷射装置应装在耳轴上并能自由活动。测试气体喷射装置应安排好，使滑动条移动时把孔打开，活动的测试气体喷射装置用钉固定在滑动条上，并向中间的孔倾斜，倾斜的方式为当喷射装置在最低位置时，圆形对开盖较低边缘用喷射装置钻孔形成。火焰应在孔两个方向的中间位置。

温度计套应为分开管套的形式，安装在通过孔中间直径的右角，并符合温度计水银泡在盖中间的正下方以及恰当距离和角度。

搅拌器刷应安装在温度计安装位置直径上的相反方向。所设置的长度和角度应符合搅拌棒清理油层标线，以及使搅拌刀片在该水平以下并不会粘污温度计水银泡。搅拌器刷应尽可能接近盖的外层边缘。

由合适材料制成的白色珠尺寸代表测试火焰的大小。白色珠应安装在盖子上可以看到的位置。

A.3 搅拌器

搅拌器用铜制作，并符合图 A.1 的形状和尺寸。

搅拌器包括在底部焊接有四个刀片或螺旋浆的圆型棒。搅拌器刀片应设置成当搅拌器顺时针旋转时能向下插入液体。

为了当圆棒从下面插入搅拌刷时能够限制圆棒插入测试杯中的正确长度，应在圆棒上安装轴环。圆棒的末端应可以缩小和带有螺旋。

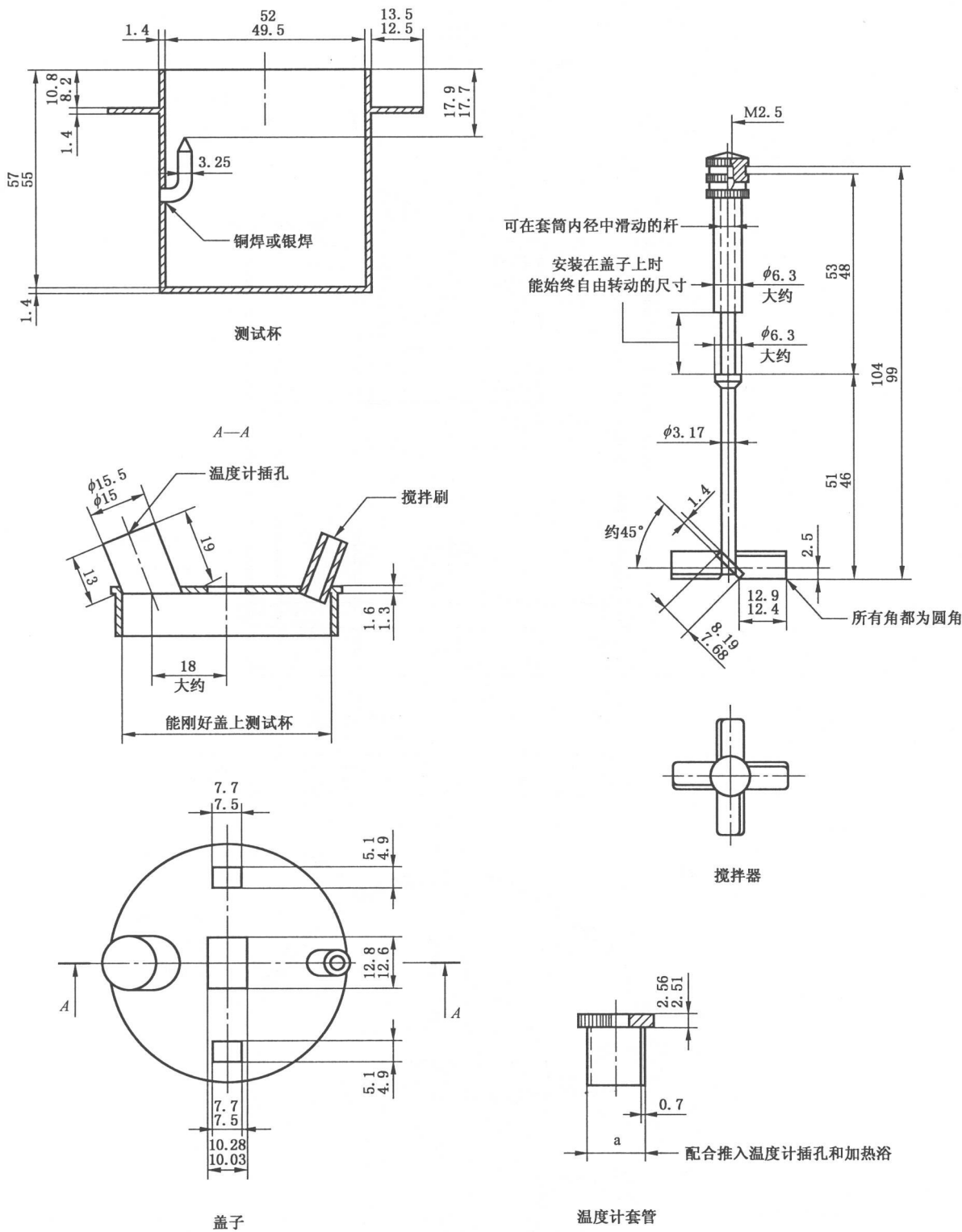
在顶端焊接有内部螺旋和硬节把手的长套应通过圆棒顶端和螺旋的根部。套筒的长度应为平面轴环的末端刚刚与搅拌刷的顶端相接触，并使搅拌器自由旋转。

当搅拌器不用时，应用平头圆柱型塞子塞住搅拌刷的孔。

A.4 加热浴

加热浴用铜制作，并符合图 A.2 的形状和尺寸。它包括两个平底圆柱型铜槽，两铜槽按同轴心安装在一起，并把它们的顶部与一水平铜环焊接起来，尺寸大的铜槽在外面，小的在里面使两铜槽间的空间完全封闭，并作为水浴。

单位为毫米



注：所有仪器都应用铜制造。
a 为实现可交换性，推荐温度计插孔内径在 15.235 和 15.253 之间，温度计夹外径在 15.222 和 15.232 之间。

图 A.1 阿贝尔闪点仪——测试杯、盖子、搅拌器和温度计套管

在右角部分的硬质橡胶或者纤维环应与平环中央的孔相适合,作为加热浴的顶部。当设备在使用时,测试杯应能放入,并且它的边缘靠在硬质橡胶或纤维环上面,使测试杯安放在加热浴的中央。硬质橡胶或纤维环应由六颗凹陷小螺丝固定,以避免加热浴和测试杯的金属接触。

同样的在测试杯盖上有垂直设置的分开管套,管套应允许温度计插入到水浴中。漏斗和溢流管也应通过顶部平台与水浴相连,并在其上提供两个环形手柄。

加热浴应用一铸铁三脚架连接在圆柱型铜外罩的环上,铜外罩在顶上内部边缘的厚度应不少于0.56 mm,加热浴的尺寸应符合当加热浴依靠在铁环上时,外部突出的边缘刚刚接触到铜外罩的内旋边缘。

A.5 加热器

使用任何合适的设备以加热加热浴,如:气体火焰、电子加热器或酒精灯等。



附 录 B
(规范性附录)

测试杯和在温度计夹扣中加热浴温度计的定位及固定

- B.1 轴环要用黄铜制成,并符合下列尺寸:
- a) 外径:大小应适合推入套管;
 - b) 管的厚度:0.69 mm~0.73 mm;
 - c) 法兰的厚度:2.515 mm~2.565 mm。
- B.2 确保套筒中温度计符合图 B.1,采取下列方式之一固定:
- a) 熟石膏和甘油的混合物;
 - b) 市售环氧树脂型粘合剂。

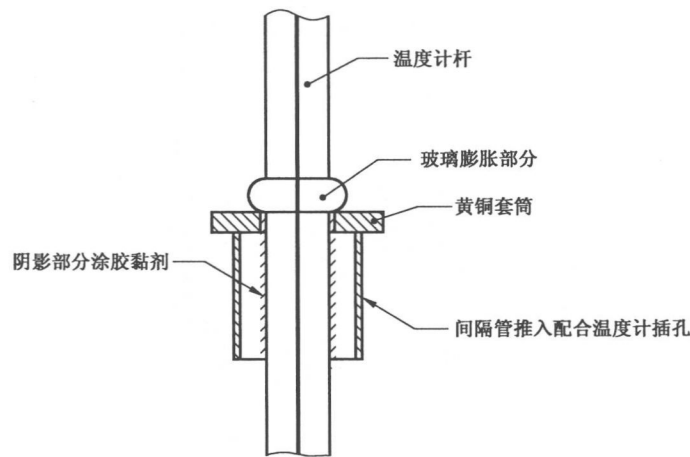
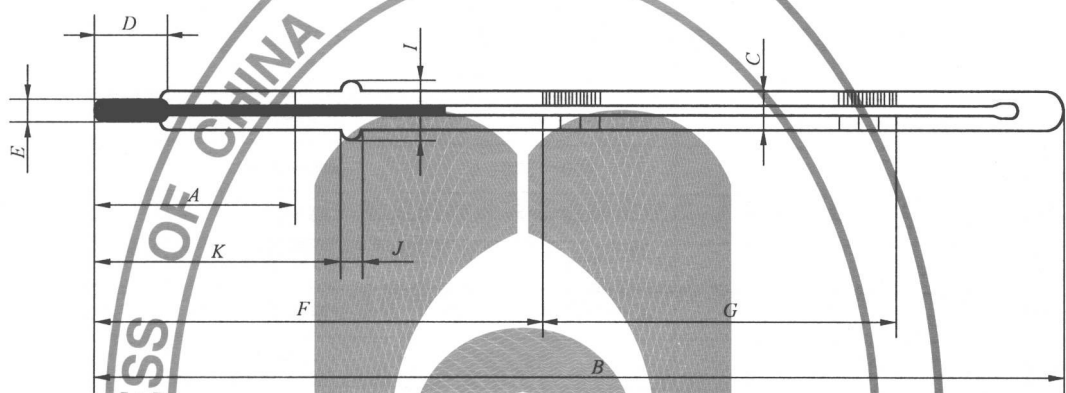


图 B.1 套筒内温度计杆的位置

附录 C
(规范性附录)
温度计规格

C.1 测试杯温度计

见图 C.1 和表 C.1。
注：温度计 IP 74C 符合该要求。



注：资料见表 C.1。

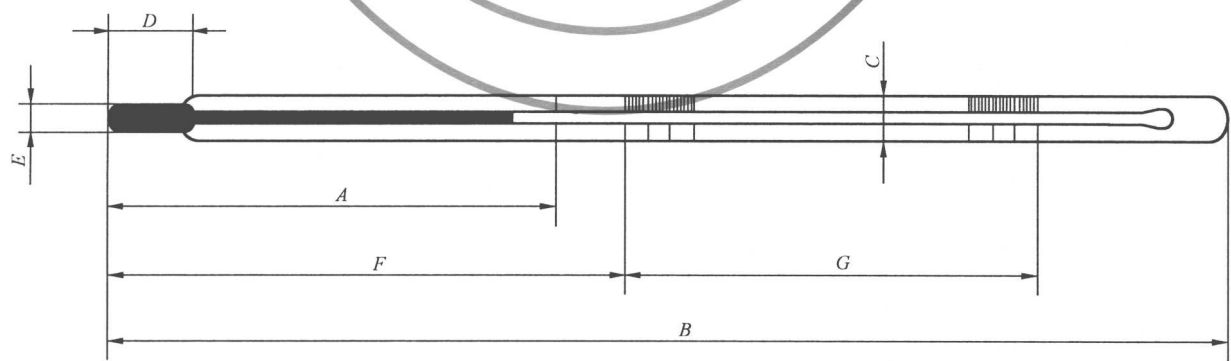
图 C.1 测试杯和加热浴温度计

C.2 加热浴温度计

见图 C.1 和表 C.1。
注：温度计 IP 75C 符合该要求。

C.3 低温温度计

见图 C.2 和表 C.1。
注：温度计 IP 2C 符合该要求。



注：资料见表 C.1。

图 C.2 低温温度计

表 C.1 温度计规格

温 度 计	阿贝尔测试杯 (宽范围)	阿贝尔加热浴 (宽范围)	低温温度计
温度范围/℃	−35~+70	−30~+80	−80~+20
A——浸没深度/mm	61	89	76
刻度线:分度值/℃	0.5	0.5	1
长线间隔/℃	1 和 5	1 和 5	5
数字间隔/℃	5	5	10
最大线宽/mm	0.15	0.15	0.15
示值允差/℃	0 以下 0.5 0 或 0 以上 0.2	0.5	−33 以上 1.0 −33 以下 2.0
安全泡:允许加热最高温度/℃	需要	需要	60
B——总长/mm	300~320	300~320	225~235
C——棒外径/mm	6~7	6~7	6.0~8.0
D——感温泡长度/mm	7.5~10.5	7.5~10.5	7~10
E——感温泡外径/mm	不大于温度计杆外径	不大于温度计杆外径	不大于杆外径
刻线位置:感温泡底部到刻线/℃	−35	−30	−70
F——距离/mm	70~80	100~110	100~120
G——刻度范围长度/mm	最小 195	最小 164	70~100
I——棒扩张部分外径/mm	9.5~10.5	9.5~10.5	—
J——棒扩张部分长度/mm	3~5	3~5	—
K——从膨胀底部到感温泡底部距离/mm	59.5~62.5	86.5~91.5	—

附 录 D
(规范性附录)
仪器性能校准

D.1 通则

仪器(手动或自动)性能应使用按照 ISO 导则 34,ISO 导则 35 生产的有证标准物质(CRM)或按照下述 D.2.2 方法之一制备的内部标样/标准样品(SWS)定期检定。仪器性能应按照 ISO 导则 33 和 ISO 4259 的指引进行评定。

若检定核查得到的数据偏离了已知的正常值则不能再使用,同样也不能作为日常闪点测定仪器校正。

D.2 检定核查标物

D.2.1 有证标准物质(CRM),包括稳定的纯烃或其他稳定物质,其闪点是按照 ISO 导则 34、ISO 导则 35 要求,通过特定的实验室间研究得到特定方法的有证结果。

D.2.2 标准样品(SWS),是一种稳定的石油产品或纯烃类或其他稳定物质,其闪点通过以下方式测定:

- a) 通过用经 CRM 检定过的仪器测定选用的次级样品至少 3 次,统计分析结果,去除离群数据后计算结果算术平均值,或
- b) 采用指定方法和测试程序在至少三家实验室内重复测试选用的样品。统计分析实验室数据后计算得到闪点值。

将 SWS 储存在容器里,保证其完整性,避免阳光直射,温度不超过 10℃。

各种烃类闭口杯闪点近似值在表 D.1 中列出。

表 D.1 各种烃类及其他化学品的闭口杯闪点近似值 单位为摄氏度

物 质 名 称	标 称 闪 点
2,2,4-三甲基戊烷	—9
甲苯	6
辛烷	14
1,4-二甲苯	26
壬烷	32
环己酮	43
癸烷	49
己醇-1	60
正十一烷	63
正十二烷	84
正十四烷	109
壬醇-1	109
正十六烷	134

D.3 步骤

D.3.1 选择在仪器测定闪点范围内的 CRM 或 SWS。

注 1：推荐使用 CRM 或 SWS 两种样品以便于可覆盖较宽的适用范围。

注 2：推荐使用经多次测定其结果均可重现的 CRM 或 SWS。

D.3.2 对于新仪器及在用的仪器每年至少进行一次按照第 10 章用 CRM(D.2.1)进行检定测试。

D.3.3 对于期间检定,按照第 10 章用 SWS(D.2.2)测试进行检定。

D.3.4 按照第 11 章记录气压计校正值结果。在日常记录中记录校正后的结果,准确到 0.1℃。

D.4 测试结果评价

D.4.1 将校正结果值与 CRM 的有证数值或 SWS 确定的数值进行比较。

a) 单次测试

对于 CRM 或 SWS 单次测定结果与 CRM 的标定值或 SWS 定值之间的允许差为：

$$|x - u| \leq R / \sqrt{2}$$

式中：

x ——测试结果平均值；

u ——CRM 标定值或 SWS 的定值；

R ——测试方法再现性。

b) 多次测试

如果对于 CRM 或 SWS 进行 n 次测试,其结果平均值与 CRM 的标定值或 SWS 定值之间的允许差为：

$$|\bar{x} - u| \leq R_1 / \sqrt{2}$$

式中：

$\bar{x}$ ——测试结果平均值；

u ——CRM 标定值或 SWS 的定值；

$$R_1 = \sqrt{R^2 - r^2 \left(1 - \frac{1}{n}\right)}$$

R ——测试方法再现性；

r ——测试方法重复性。

这些公式假设再现性和 ISO 4259 及 CRM 证书值或 SWS 的值相一致,并通过 ISO 导则 35 所设置的步骤获得,同时与测试方法的标准偏差比较,它的不确定度是很小的,因而与测试方法的再现性 R 相比较也是很小的。

D.4.2 如果测试结果在误差要求范围内,则要做常规记录。如果结果不在误差范围内,就要检查仪器的状态及操作是否与仪器说明书要求一致。

如果已经用 SWS 确定仪器的状态及操作与仪器说明书要求没有明显的不一致时,就要用 CRM 进行重新测定。

如果测试结果在误差要求范围内做好常规记录,否则处理掉 SWS 或重新测试它的赋值。

如果结果仍不在误差要求范围内,重新检查仪器是否与仪器说明一致。确认没有明显的不一致时,把仪器送回生产厂商检查。

参 考 文 献

- [1] ISO 4259:1992 石油产品——测试方法数据精度测定和应用
 - [2] ISO 导则 33:1989 有证标准物质的使用
 - [3] ISO 导则 34:1996 标准物质生产质量体系方针
 - [4] ISO 导则 35:1989 有证标准物质——通则和统计原则
-