



中华人民共和国国家标准

GB/T 261—2021

代替 GB/T 261—2008

闪点的测定 宾斯基-马丁闭口杯法

Determination of flash point—Pensky-Martens closed cup method

(ISO 2719:2016, MOD)

2021-10-11 发布

2022-05-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 GB/T 261—2008《闪点的测定 宾斯基-马丁闭口杯法》，与 GB/T 261—2008 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 范围由“适用于闪点高于 40 °C 的样品”修改为“适用于闪点在 40 °C~370 °C 范围内的样品”（见第 1 章，2008 年版的第 1 章）；
- b) 范围中增加了步骤 A 适用于生物柴油调合燃料样品的表述（见第 1 章）；
- c) 增加了步骤 C，适用于 BD100 生物柴油样品，包括范围、取样、试验条件、试验步骤和精密度等相关内容（见第 1 章、第 8 章、第 10 章和第 13 章）；
- d) 修改并增加了部分仪器的相关内容，包括对自动仪器的内置式压力计、气压计、温度测量装置、防爆烘箱及仪器安装位置的要求（见第 6 章，2008 年版的第 6 章）；
- e) 细化并补充了取样和样品处理的部分内容（见第 8 章，2008 年版的第 8 章）；
- f) 扩大了闪点修正公式中精确修正闪点的大气压力范围（见第 11 章，2008 年版的第 11 章）；
- g) 附录 B 表 B.1 中增加了校正标准物质的允差值（见附录 B）；
- h) 为了配合自动测温装置的使用，删除了 GB/T 261—2008 中附录 D《温度计适配器》，并增加了电子测温设备的相关内容（见附录 D 的 D.1）。

本文件使用重新起草法修改采用 ISO 2719:2016《闪点的测定 宾斯基-马丁闭口杯法》。

本文件与 ISO 2719:2016 相比在结构上有部分调整，附录 A 中列出了本文件与 ISO 2719:2016 的章条编号对照一览表。

本文件与 ISO 2719:2016 相比的主要技术差异及原因如下：

——关于规范性引用文件，本文件做了具有技术性差异的调整，以适应我国的技术条件，调整的情况集中反映在第 2 章“规范性引用文件”中，具体调整如下：

- 用等同采用国际标准的 GB/T 3186 代替了 ISO 15528（见 8.1）；
- 用修改采用国际标准的 GB/T 4756 代替了 ISO 3170（见 8.1）；
- 用等同采用国际标准的 GB/T 20777 代替了 ISO 1513（见 9.2）；
- 用等同采用国际标准的 GB/T 27867 代替了 GB/T ISO 3171（见 8.1）。

本文件还做了下列编辑性修改：

——为与产品标准的表述保持一致，将“FAME(B100)”修改为“BD100 生物柴油”；

——为适应我国的实际需求，在范围中增加了“闪点在 40 °C 以下的喷气燃料也可使用本文件”的注和关于用过润滑油适用性的注；

——为适应我国的实际需求，在精密度中增加了“本精密度的再现性不适用于 20 号航空润滑油”的注；

——参考文献中用与国际文件有一致性对应关系的我国文件代替了相应的国际文件。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国石油产品和润滑剂标准化技术委员会(SAC/TC 280)提出并归口。

本文件起草单位：中国石油化工股份有限公司石油化工科学研究院、中国石油天然气股份有限公司

GB/T 261—2021

石油化工研究院。

本文件主要起草人：郭涛、梁迎春、蔺玉贵、徐华玲、赵杰、常春艳、陶志平、郑煜、孙欣婵。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 1964年首次发布为 GB 261—1964, 1977年第一次修订, 1983年第二次修订, 2008年第三次修订；
- 本次为第四次修订。

引 言

闪点值能够用于运输、贮存、操作和安全管理等方面,可作为分类参数来定义“易燃物质”和“可燃物质”,其准确定义参见它们各自的法规及相关标准。

闪点值能用于表示在相对非挥发或非可燃性物质中是否存在高挥发性或可燃性组分。闪点试验是对未知组成材料进行其他研究的第一步。

闪点试验不能用于有潜在不稳定的、易分解的或爆炸性的样品,除非事先确认在本文件规定的温度范围内,加热与闪点测定仪金属部件相接触的样品不会产生分解、爆炸或其他不良影响。

闪点值不是被测样品不变的物理-化学参数,是与仪器的设计、使用条件和试验步骤有关的参数。闪点仅仅是由本方法定义的,因此由不同的测定方法或使用不同的仪器得到的试验结果之间没有通用、有效的关联性。

闪点的测定 宾斯基-马丁闭口杯法

警示:使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件的使用可能涉及某些有危险的材料、设备和操作,本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了用宾斯基-马丁闭口闪点试验仪测定可燃液体、带悬浮颗粒的液体、在试验条件下表面趋于成膜的液体和其他液体闪点的方法。

注1:闪点在40℃以上的煤油虽可使用本文件,但一般情况下煤油的闪点按照GB/T 21789进行测定。通常未使用润滑油的闪点按照GB/T 3536进行测定。

注2:闪点在40℃以下的喷气燃料可使用本文件,但本精密度未经验证。

警示:由于某些混合物得不到本文件定义的闪点,而得到的是明显增大的闪火(不是光晕的影响)和出现闪火从蓝色到黄棕色的变化,持续的加热能够导致试验杯周围的蒸气发生燃烧。

本文件适用于闪点在40℃~370℃范围内的样品。本文件包括步骤A、步骤B和步骤C三个试验步骤。步骤A适用于馏分燃料(包括柴油、生物柴油调合燃料、供热用油和汽轮机燃料)、未使用润滑油、油漆和清漆及其他不包含在步骤B和步骤C范围内的均质液体。步骤B适用于残渣燃料油、稀释沥青、用过润滑油、带悬浮颗粒的液体、在本试验条件下表面趋于成膜的液体或者黏度不适合在步骤A规定的搅拌速度和加热条件下加热的液体。步骤C适用于BD100生物柴油样品的测定。本文件不适用于水性油漆和水性清漆。

注3:在监控润滑油系统时,为了进行未使用润滑油和用过润滑油闪点的比较,也可以用步骤A来测定用过润滑油的闪点,但本精密度仅适用于步骤B。

注4:水性油漆和水性清漆的闪点可用GB/T 5208进行测定;含高挥发性组分液体的闪点可用GB/T 21775或GB/T 5208进行测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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 3186 色漆、清漆和色漆与清漆用原材料 取样(GB/T 3186—2006,ISO 15528:2000,IDT)
- GB/T 4756 石油液体手工取样法(GB/T 4756—2015,ISO 3170:2004,MOD)
- GB/T 20777 色漆和清漆 试样的检查和制备(GB/T 20777—2006,ISO 1513:1992,IDT)
- GB/T 27867 石油液体管线自动取样法(GB/T 27867—2011,ISO 3171:1998,IDT)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

闪点 flash point

在标准试验条件下,加热油品所逸出的蒸汽被火焰引燃发生闪火的最低温度。

4 方法概要

将试样倒入试验杯中,在规定的速率下连续搅拌,并以恒定速率加热试样。以规定的温度间隔,在中断搅拌的情况下,将火源引入试验杯开口处,使试样蒸气发生瞬间闪火,且蔓延至液体表面的最低温度,此温度为环境大气压下的观察闪点,再用公式修正到标准大气压下的闪点。

5 试剂与材料

5.1 清洗溶剂:用于除去试验杯及试验杯盖上沾有的少量被测样品,依据被测样品及其残渣的黏性来选择。低挥发性芳烃(无苯)溶剂可用于除去油的痕迹,混合溶剂如甲苯-丙酮-甲醇可有效除去胶质类的沉积物。

5.2 标准样品:见附录 B。

6 仪器

6.1 宾斯基-马丁闭口杯闪点试验仪:按照附录 C 的规定使用。

如使用自动仪器,要确保其测定结果能达到本文件规定的精密密度;试验杯及试验杯盖的组装应符合附录 C 规定的尺寸和仪器的机械要求;试验步骤应按照第 10 章的规定;使用者应确保全部操作按仪器说明书进行。

注:在某些情况下,使用电子火源点火与火焰火源点火的试验结果会有差异。

在有争议时,除非另有规定,仲裁试验以火焰火源点火的手动试验结果为准。

6.2 温度测量设备:应符合附录 D 的要求。温度计与试验杯盖的装配和固定可依具体情况调整。

6.3 气压计:精度为 0.5 kPa,分辨率为 0.1 kPa。

不应使用气象台或机场所用的已预校准至海平面读数的气压计。

注:有些自动仪器包括一个自动测量和记录绝对压力的整体气压计,并能对测得的闪点进行修订。

6.4 加热浴或烘箱:用于加热样品,要求能将温度控制在 $\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 之内。

烘箱应能够通风,且有防止加热样品时产生的可燃蒸气闪火的功能。推荐使用防爆型烘箱。

7 仪器准备

7.1 通则

按照仪器说明书的要求正确装配、校正、校验(见 7.5)和正确操作整套仪器,包括压力计(如使用)和温度测量装置(按附录 D),特别是点火源的操作和设置。

7.2 仪器的放置

将仪器(6.1)安装在无空气流的房间内,并放置在平稳的台面上。

注:若不能避免空气流,可用防护屏挡在仪器周围。

可将仪器放置在能独立控制气流的通风柜中,在试验期过程中能排出蒸气流而不影响试验杯上方的空气流。

7.3 试验杯的清洗

先用清洗溶剂(5.1)冲洗试验杯、试验杯盖及其他配件,以除去上次试验留下的所有胶质或残渣痕

迹。再用清洁的空气吹干试验杯,确保除去所用溶剂。

7.4 仪器的组装

检查试验杯、试验杯盖及其附件,确保无损坏且无样品沉积。并按附录 C 组装好仪器。

7.5 仪器校验要求

7.5.1 用有证标准样品(CRM)(5.2)按照步骤 A 每年至少对仪器校验一次。所得结果与 CRM 给定值之差应小于或等于 $R/\sqrt{2}$,其中 R 是本文件的再现性(见 13.3)。

步骤 A、步骤 B 和步骤 C 的校验均使用步骤 A 规定的再现性来比较差值。

推荐使用工作参比样品(SWS)对仪器进行经常性的校验。

使用 CRM 和 SWS 校验仪器的推荐步骤、以及得到 SWS 的方法见附录 B。

7.5.2 校验试验所得的结果不应作为标准的偏差,也不应用于后续闪点测定结果的修正。

8 取样

8.1 除非另有规定,取样应按照 GB/T 4756、GB/T 27867、GB/T 3186 或相当的标准进行。

8.2 残渣燃料油的取样,应充满至样品容器的 85%~95%。BD100 生物柴油样品的取样推荐使用 1 L 的容器充满至容积的 85%。其他类型的样品应选择取样前样品最多充满至样品容器容积的 85%,或者最少充满至样品容器容积的 50%的容器。

8.3 如果不采取必要的预防措施避免挥发性组分的损失,可能会导致闪点结果偏高。为避免挥发性组分损失或引入水分,除非必要不应打开样品容器的盖子。避免在温度超过 30 °C 下储存样品,样品贮存于密封容器中,至少在低于样品预期闪点 18 °C 下才能取样。

8.4 由于挥发性材料可能会透过样品容器壁扩散,因此不能将样品贮存在有气体泄漏的容器中。样品贮存于有泄露的容器中会导致可疑和错误的试验结果。

9 样品处理

9.1 石油产品类样品处理

9.1.1 分样

9.1.1.1 分样在至少低于样品预期闪点 18 °C 下进行。

9.1.1.2 样品可同一样品容器中采取。重复性试验第二个样品的取样时,样品容器中的样品量至少充满至容器容积的 50%以上。

注意:如果试样体积低于样品容器容积的 50%,会对闪点的测定结果产生影响。

9.1.2 含未溶解水的样品

9.1.2.1 由于水的存在能够影响闪点的测定结果,如果样品中含有未溶解的水,先将水倒出来。

9.1.2.2 某些燃料油和润滑剂中的游离水可能倒不出来,混合前采用物理方法先除去水,如果不能,可依据 GB/T 5208 中的方法除水。

9.1.3 室温下为液体的样品

取样前先轻轻地摇动混匀样品再取样,尽可能避免挥发性组分的损失,然后按第 10 章进行操作。

9.1.4 室温下为固体或半固体的样品

样品在样品容器中加热,稍稍松一点盖子以防止产生过大的压力。选择足以使样品液化的最低温度加热样品 30 min,该温度低于预期闪点 18 °C 以下。如果样品仍未全部融化,可延长加热时间,再加热 30 min,避免样品过热造成挥发性组分的损失。轻轻摇动混匀样品后,按第 10 章进行操作。

注意:样品容器的盖子太松会导致加热时挥发性组分的损失。

9.2 油漆和清漆类样品处理

样品的制备应按 GB/T 20777 进行。

10 试验步骤

10.1 通则

10.1.1 步骤 A、步骤 B 和步骤 C 的适用范围见第 1 章。用肉眼难以观察到试样的闪火时,应使用电子闪点检测器。

10.1.2 测定含大量水的残渣燃料油样品时宜格外小心,加热时样品会产生泡沫并从试样杯中溅出来。

10.1.3 为了安全起见,强烈建议在加热试样和试验杯之前,可对部分试样进行点火操,以检查试样是否存在意外的挥发性组分。

10.1.4 为了安全强烈推荐,对于预期闪点高于 130 °C 的试样,每升高 10 °C 让火源扫过全部的试样表面,直至达到低于预期闪点 28 °C 再按照要求点火。这个操作可以降低着火的可能性,且不会明显影响试验结果。

10.1.5 试验最后要等到仪器表面的温度降到可以手工操作时,再拿下试验杯和盖子,并按照仪器商推荐的方式清洗试验仪器。

10.2 步骤 A

10.2.1 观察气压计,记录试验期间仪器附近的环境大气压力(见 6.3)。某些气压计带自动修正功能,但此处记录的大气压力不要求修正到 0 °C 下的大气压力。

10.2.2 将试样倒入试验杯(见 7.3)至加料线,盖上试验杯盖,然后放入加热室,确保试验杯就位或锁定装置连接好后插入温度计(见 6.2)。点燃试验火源,并将火焰直径调节为 3.2 mm~4.8 mm;或打开电子点火器,按仪器说明书的要求调节电子点火器的强度。在整个试验期间,试样以 5 °C/min~6 °C/min 的速率升温,且搅拌速率为 90 r/min~120 r/min,搅动方向向下。

10.2.3 当试样的预期闪点不高于 110 °C,从预期闪点以下 23 °C±5 °C 开始点火,试样每升高 1 °C 点火一次,点火时停止搅拌。控制试验杯盖上的滑板操作旋钮或点火器,使火焰在 0.5 s 内下降至试验杯的蒸气空间内,并在下降位置停留 1 s,然后迅速升高回至原位置。

10.2.4 当试样的预期闪点高于 110 °C,从预期闪点以下 23 °C±5 °C 开始点火,试样每升高 2 °C 点火一次,点火时停止搅拌。控制试验杯盖上的滑板操作旋钮或点火器,使火焰在 0.5 s 内下降至试验杯的蒸气空间内,并在下降位置停留 1 s,然后迅速升高回至原位置。

10.2.5 当测定未知试样的闪点,在适当起始温度下开始试验。高于起始温度 5 °C 时进行第一次点火,然后按 10.2.3 或 10.2.4 进行。

10.2.6 记录火源引起试验杯内产生明显闪火的温度,作为试样的观察闪点,但不要将真实闪点到达之前,出现在试验火焰周围的淡蓝色光轮与真实闪点相混淆。

10.2.7 如果初次点火就得到了观察闪点,应终止试验,舍弃这个结果,重新取样进行试验。应另取一份新的试样在比第一个观察闪点温度低 23 °C 的条件下进行初次点火试验。

10.2.8 所记录观察闪点温度与最初点火温度的差值应在 $18\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 28\text{ }^{\circ}\text{C}$ 范围之内, 试验结果才为有效。如没有得到有效的试验结果, 更换一份新的试样重新进行试验, 调整最初点火温度, 直至得到有效的试验结果, 即观察闪点与最初点火温度的差值在 $18\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 28\text{ }^{\circ}\text{C}$ 范围之内。

10.3 步骤 B

10.3.1 观察气压计, 记录试验期间仪器附近的环境大气压(见 10.2.1)。

10.3.2 将试样倒入试验杯(见 7.3)至加料线, 盖上试验杯盖, 然后放入加热室, 确保试验杯就位或锁定装置连接好后插入温度计(6.2)。点燃试验火焰, 并将火焰直径调节为 $3.2\text{ mm}\sim 4.8\text{ mm}$; 或打开电子点火器, 按仪器说明书的要求调节电子点火器的强度。在整个试验期间, 试样以 $1.0\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}\sim 1.5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升温, 且搅拌速率为 $250\text{ r}/\text{min}\pm 10\text{ r}/\text{min}$, 搅动方向向下。

10.3.3 除试样的加热速率和搅拌要求按照 10.3.2 的规定, 其他试验步骤均按照 10.2.3~10.2.8 的规定进行。

10.4 步骤 C

10.4.1 观察气压计, 记录试验期间仪器附近的环境大气压(见 10.2.1)。

10.4.2 将试样倒入试验杯(见 7.3)至加料线, 盖上试验杯盖, 然后放入加热室, 确保试验杯就位或锁定装置连接好后插入温度计(6.2)。点燃试验火源, 并将火焰直径调节为 $3.2\text{ mm}\sim 4.8\text{ mm}$; 或打开电子点火器, 按仪器说明书的要求调节电子点火器的强度。在整个试验期间, 试样以 $2.5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}\sim 3.5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升温, 且搅拌速率为 $90\text{ r}/\text{min}\sim 120\text{ r}/\text{min}$, 搅动方向向下。

10.4.3 第一次试验可将预期闪点设定为 $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

10.4.4 初次点火试验应从低于试样预期闪点 $24\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下开始, 试样温度每升高 $2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 点火一次。点火时停止搅拌, 控制试验杯盖上的滑板操作旋钮或点火器, 使火焰在 0.5 s 内下降至试验杯的蒸气空间内, 并在下降位置停留 1 s , 然后迅速升高回至原位置。

10.4.5 记录火源引起试验杯内产生明显闪火的温度, 作为试样的观察闪点。

10.4.6 如果初次点火就得到了观察闪点, 试验应终止, 舍弃这个结果, 重新取样进行试验。应另取一份新的试样在比第一个观察闪点温度低 $24\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的条件下进行初次点火试验。

10.4.7 所记录观察闪点温度与最初点火温度的差值应在 $16\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 范围之内, 试验结果才为有效。如没有得到有效的试验结果, 更换一份新的试样重新进行试验, 调整最初点火温度, 直至得到有效试验的结果, 即观察闪点与最初点火温度的差值在 $16\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 范围之内。

11 计算

11.1 大气压读数的转换

如果大气压读数不是以 kPa 为单位的读数, 可用下述等量关系换算到以 kPa 为单位的读数:

- 以 hPa 为单位的读数乘以 0.1 得到以 kPa 为单位的读数;
- 以 mbar 为单位的读数乘以 0.1 得到以 kPa 为单位的读数;
- 以 mmHg 为单位的读数乘以 0.133 3 得到以 kPa 为单位的读数。

11.2 观察闪点的修正

标准大气压(101.3 kPa)下的闪点(T_c)由公式(1)计算得出。

$$T_c = T_o + 0.25(101.3 - p) \dots\dots\dots(1)$$

式中：

T_0 —— 环境大气压下的观察闪点，单位为摄氏度(°C)；

p —— 环境大气压，单位为千帕(kPa)；

0.25 —— 常数，用摄氏度每千帕(°C/kPa)表示；

101.3 —— 标准大气压力，用千帕(kPa)表示。

注：本公式在大气压为 82.0 kPa~104.7 kPa 的范围内为精确修正，超出此范围也可适用。

12 结果表示

结果报告修正到标准大气压(101.3 kPa)下的闪点，精确至 0.5 °C。

13 精密度

13.1 概述

按 13.2 和 13.3 的规定判断试验结果的可靠性(95%的置信水平)。

注：对使用中的润滑油，如在润滑油监控程序中按步骤 A 进行的测试的精密度尚未确定。

13.2 重复性, r

在同一实验室，由同一操作者使用同一仪器，按照相同的方法，对同一试样连续测定的两个试验结果之差不能超过表 1、表 2 和表 3 中规定的值。

表 1 步骤 A 的重复性

样品类型	闪点范围/°C	重复性(r)/°C
油漆和清漆	—	1.5
馏分燃料和未使用的润滑油	40~250	0.029X ^a
^a X 为两个连续试验结果的平均值。		

表 2 步骤 B 的重复性

样品类型	闪点范围/°C	重复性(r)/°C
残渣燃料油和稀释沥青	40~110	2.0
用过润滑油	170~210	5.0 ^a
表面趋于成膜的液体、带悬浮颗粒的液体或高黏稠液体	—	5.0
^a 在 20 个实验室对一个用过柴油发动机油试样测定得到的结果。		

表 3 步骤 C 的重复性

样品类型	闪点范围/°C	重复性(r)/°C
BD100 生物柴油	60~190	8.4

13.3 再现性, R

在不同的实验室,由不同操作者使用不同的仪器,按照相同的方法,对同一试样测定的两个单一、独立的试验结果之差不能超过表 4、表 5 和表 6 中规定的值。

注:本文件的再现性不适用于 20 号航空润滑油。

表 4 步骤 A 的再现性

样品类型	闪点范围/°C	再现性(R)/°C
油漆和清漆	—	—
馏分燃料和未使用过的润滑油	40~250	0.071 X^a
^a X 为两个独立试验结果的平均值。		

表 5 步骤 B 的再现性

样品类型	闪点范围/°C	再现性(R)/°C
残渣燃料油和稀释沥青	40~110	6.0
用过的润滑油	170~210	16.0 ^a
趋向于表面成膜的液体、带悬浮颗粒的液体或高黏稠液体	—	10.0
^a 在 20 个实验室对一个用过柴油发动机油试样测定得到的结果。		

表 6 步骤 C 的再现性

样品类型	闪点范围/°C	再现性(R)/°C
BD100 生物柴油	60~190	14.7

14 试验报告

试验报告至少应该包括下述内容:

- a) 注明执行本文件和所用的试验步骤;
- b) 被测产品的类型和完整的标识;
- c) 如有需要,报告试样的预加热温度和预加热时间(见 9.1.4);
- d) 点火类型(燃气或电子点火器);
- e) 仪器附近的环境大气压力(见 10.2.1、10.3.1 和 10.4.1);
- f) 试验结果(见第 12 章);
- g) 注明按协议或其他原因,与规定试验步骤存在的任何差异;
- h) 试验日期。

附 录 A

(资料性)

本文件与 ISO 2719:2016 的结构差异对照表

本文件与 ISO 2719:2016 的章条编号差异对照见表 A.1。

表 A.1 本文件与 ISO 2719:2016 的章条编号差异对照表

本文件章条编号	ISO 2719:2016 章条编号
10.3.3	10.3.3、10.3.4、10.3.5、10.3.6、10.3.7、10.3.8
D.2.1	C.2 第一段、C.2 第三段
D.2.2	ISO 2719:2016 的修改单内容

附录 B

(资料性)

仪器校验

B.1 总则

本附录给出了得到工作参比样品(SWS)及使用 SWS 和有证标准样品(CRM)对仪器进行校准验证的操作步骤。

用根据 GB/T 15000.7 和 GB/T 15000.3 得到的 CRM,或用根据由 B.2.2 中规定步骤得到的 SWS 对仪器(手动和自动)进行校验。仪器的性能也可根据 GB/T 15000.8 和 GB/T 6683 进行检定。

对试验结果准确度的评价是基于 95% 的置信水平。

B.2 校准检验标准

B.2.1 有证标准样品(CRM):由稳定的纯烃,见 GB/T 15000.7 和 GB/T 15000.3 或者是在指定试验方法的实验室间,确定了本文件闪点的其他稳定的石油产品组成。

B.2.2 工作参比样品(SWS):由稳定的石油产品、纯烃或用以下两种方法测定出闪点的稳定物质组成。可通过以下两种方法进行校验:

- a) 第一种方法:使用已用 CRM 校验的仪器,用有代表性样品进行至少三次试验,统计分析结果,剔除异常值后,计算结果的算术平均值;
- b) 第二种方法:通过至少三个实验室参加的实验室间特定方法,用有代表性的样品进行重复试验,闪点的赋值可经过对实验室间统计数据计算后得到。

为保证 SWS 的完整性,应将 SWS 保存在避光容器中,SWS 的贮存温度应避免超过 10 °C。

B.3 试验步骤

B.3.1 选取 CRM 或 SWS 闪点的测定范围应满足表 B.1 的要求,闪点的参考值见表 B.1。为使覆盖的范围尽可能的宽,推荐使用两个 CRM 或两个 SWS。也可使用相同的 CRM 或 SWS 进行重复试验。

表 B.1 烃类标准样品预期闭口闪点值和允许差值(步骤 A)

烃类标准样品	标准闪点值/°C	允许差值(见 7.5.1)($R/\sqrt{2}$)	预期闪点的来源
癸烷	52.8	±2.6	a
十一烷	68.7	±3.2	a
十二烷	84.0	±4.2	b
十四烷	109.3	±5.5	a
十六烷	133.9	±6.7	a
注:闪点值是没有证书的。			
a 闪点值是源于实验室间试验结果,且样品纯度大于 99%。			
b 历史值。			

B.3.2 对于新仪器或一年至少使用一次的在用仪器,应使用 CRM 按照 B.2 的规定对仪器进行校准。

B.3.3 日常仪器校验,可使用 SWS(B.2.2),按照 B.2 的规定对仪器进行校准试验。

B.3.4 大气压的校正按照 11.2 进行,记录修正试验结果,精确到 0.1 °C。

B.4 结果表示

B.4.1 总则

用 CRM 的标定值或 SWS 的给定值比较修正后的试验结果。假定再现性已根据 GB/T 6683 得到,CRM 的标定值或 SWS 的给定值是在 GB/T 15000.3 下建立的,它的不确定度比本文件的标准偏差小,比本文件的再现性也小,其关系式见式(B.1)和式(B.2)。

B.4.2 单次试验

对于 CRM 或 SWS 的单次试验,单次结果与 CRM 的标定值或 SWS 的给定值之差应满足式(B.1)的要求:

$$|x - \mu| \leq R / \sqrt{2} \quad \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

x —— 单次试验结果,单位为摄氏度(°C);

μ —— CRM 的标定值或 SWS 的给定值,单位为摄氏度(°C);

R —— 本文件的再现性,单位为摄氏度(°C)。

B.4.3 多次试验

对于 CRM 或 SWS 的 n 次重复试验, n 个结果的平均值与 CRM 的标定值或 SWS 的给定值之差应满足式(B.2)的要求:

$$|\bar{x} - \mu| \leq R_1 / \sqrt{2} \quad \dots\dots\dots (B.2)$$

式中:

\bar{x} —— 多次试验结果平均值,单位为摄氏度(°C);

μ —— CRM 的标定值或 SWS 的给定值,单位为摄氏度(°C);

R_1 —— 即 $\sqrt{R^2 - r^2 [1 - (1/n)]}$,单位为摄氏度(°C);

R —— 本文件的再现性,单位为摄氏度(°C);

r —— 本文件的重复性,单位为摄氏度(°C);

n —— 用 CRM 或 SWS 进行重复试验的次数。

B.4.4 试验结果一致

如果试验结果满足上述要求,对此进行记录。

B.4.5 试验结果不符

对于使用 SWS 进行校准验证的,如果试验结果不能满足上述规定,则应用 CRM 重复上述步骤。如果试验结果满足上述规定,对此进行记录,并删除 SWS 的校准结果。

B.4.6 故障分析

如果试验结果仍然不能满足上述规定,应检查仪器和操作是否符合仪器说明书的要求。

特别是要检查自动仪器是否符合本文件的要求,检查火焰火源的大小/电子火源、火焰检测器(如果安装)、试验杯温度测量设备的校准和浸没深度、样品加热速率和点火操作旋钮的操作及装配情况。

如果没有明显的不一致,再用不同的 CRM 进行进一步的校准验证。如果后续试验结果满足上述规定,对此进行记录。如果仍然不能满足上述规定,应将仪器送回生产厂进行检查。

附录 C

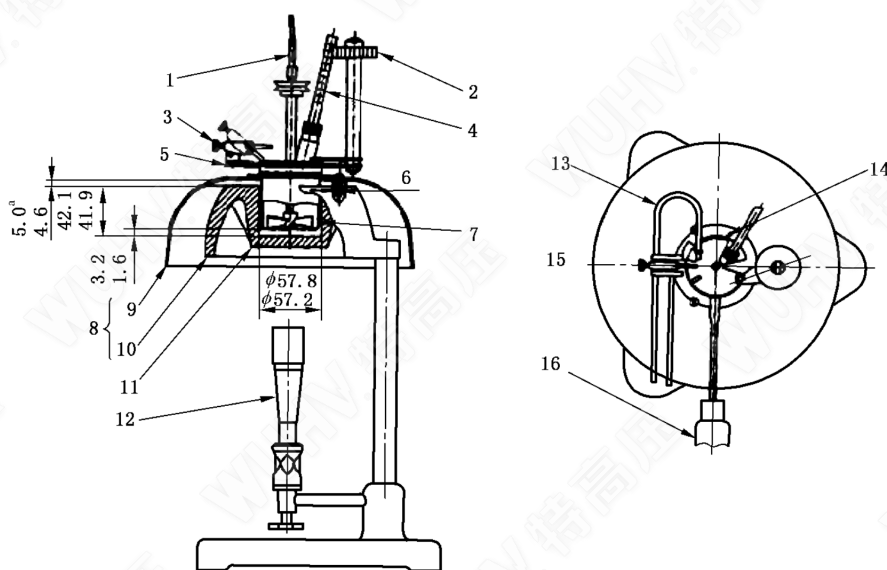
(规范性)

宾斯基-马丁闭口闪点试验仪

C.1 通则

本附录描述了手动、气体/电加热和火焰点火式仪器的详细情况。仪器由 C.2~C.4 所述的试验杯、盖组件和加热室组成。典型气体加热器组装如图 C.1 所示。

单位为毫米



标引序号说明:

- | | |
|----------------------------|----------------------------------|
| 1 —— 柔性轴; | 10 —— 空气浴; |
| 2 —— 快门操作旋钮; | 11 —— 杯表面厚度最小 6.5 mm(即杯周围的金属厚度); |
| 3 —— 点火器; | 12 —— 火焰加热型或电阻元件加热型(图示为火焰加热型); |
| 4 —— 温度计; | 13 —— 导向器; |
| 5 —— 盖子; | 14 —— 快门; |
| 6 —— 片间最大距离 $\phi 9.5$ mm; | 15 —— 表面; |
| 7 —— 试验杯; | 16 —— 手柄(可选项)。 |
| 8 —— 加热室; | |
| 9 —— 顶板; | |
| ^a 为空隙。 | |

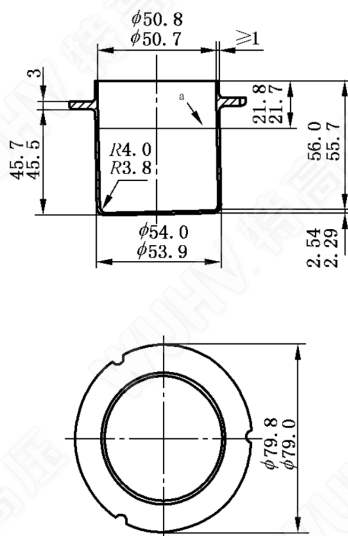
注: 盖子的装配可以是左手,也可以是右手。

图 C.1 宾斯基-马丁闭口闪点试验仪

C.2 试验杯

试验杯应由黄铜或具有相同导热性能的不锈钢金属制成,并符合图 C.2 所示的尺寸要求。试验杯温度计插孔应装配使其在加热室中定位的装置。试验杯最好能安有手柄,但不应太重,以免空试验杯倾倒。

单位为毫米



^a 为液面高度标记。

图 C.2 试验杯

C.3 盖组件

C.3.1 试验杯盖

由黄铜或其他热导性相当的不锈钢金属制成。试验杯盖四周有向下的垂边,几乎与试验杯的侧翼缘相接触(见图 C.3),垂边与试验杯外表面在直径方向上的间隙不能超过 0.36 mm,且正好配罩在试验杯的外面。试验杯与连接部分应有定位和/或锁住装置。试验杯盖上有三个开口 A、B、C(见图 C.3)。试验杯上部边缘应与整个试验杯盖内表面紧密接触。

单位为毫米

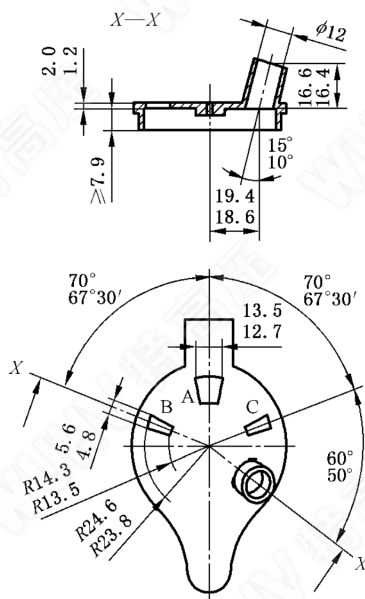
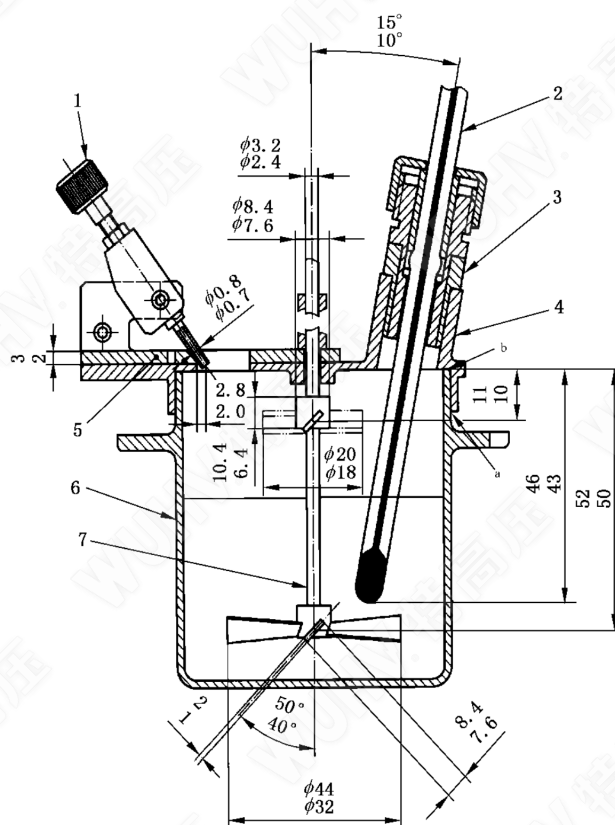


图 C.3 试验杯盖

C.3.2 滑板

由厚约 2.4 mm 的黄铜制成。在试验杯盖的上表面操作(见图 C.4)。滑板的形状和装配应能让它在试验杯盖的水平中心轴的两个停位之间转动。保证滑板转到一个端点位置时,试验杯盖上的开口 A、B、C 全都关闭,而转到另一端点位置时,三个开口全部打开。机械操作的滑板应是弹簧型的,要保证在不使用滑板时,试验杯盖上的三个开口全部关闭,当操作到另一端点位置时,试验杯盖上的三个开口完全打开,且点火器(见 C.3.3)的尖端应能全部降至试验杯内。

单位为毫米



标引序号说明:

- 1——点火器;
- 2——温度计;
- 3——温度计适配组件;
- 4——试验杯盖;
- 5——滑板;
- 6——试验杯;
- 7——搅拌器。

^a 最大间隙 0.36 mm。

^b 试验杯的周边与试验杯盖的内表面相接触。

注 1: 盖子的装配可以是左手,也可以是右手。

注 2: 可使用带固定卡套的温度计,也可使用温度计适配器。

图 C.4 试验杯与试验杯盖的装配

C.3.3 点火器

点火管火焰喷射装置的尖端开口直径约为 0.7 mm~0.8 mm(见图 C.4)。尖端为不锈钢,或其他合

适的金属材料。点火器配有机械操作器,当滑板在“开”的位置时,降下尖端,使火焰喷嘴开口孔的中心位于试验杯盖的上下表面平面之间,且通过最大开口 A 中心半径上的一点(见图 C.3)。

尖端的珠子由合适材料制成,约 4 mm 与火焰尺寸相当,装配在试验杯盖上的明显位置。

C.3.4 自动点火装置

用于火焰的自动点火,点火器尖端开口的直径约为 0.7 mm~0.8 mm。

C.3.5 搅拌装置

安装在试验杯盖的中心位置(如图 C.4 所示),带两个双叶片金属桨。下桨面距试验杯盖约为 38 mm,两个叶片宽为 8 mm,并倾斜 45°。上桨面距试验杯盖约为 19 mm,两个叶片宽为 8 mm,并倾斜 45°。两组桨固定在搅拌器的旋转轴上,当从搅拌器的下面观察时,其中一组桨的两个叶片在 0°和 180°位置,另一组桨的两个叶片在 90°和 270°位置。

搅拌器的旋转轴可用传动软轴或合适的滑轮组结构与电动机相连接。

C.4 加热室和浴套

应通过设计成合适的加热室的方式给试验杯提供热量,加热室的效果相当于一个空气浴。加热室应由空气浴和能放置试验杯的浴套组成。

空气浴有筒型内侧,并且符合图 C.1 所示的要求。空气浴可以是火焰加热型、电加热金属铸件型或电阻元件加热型。空气浴应保证在试验所规定温度下不变形。

如果空气浴是火焰加热型或电加热金属铸件型,在实际使用中,其底部和侧壁的温度应保持一致,空气浴的厚度应不小于 6 mm。如果空气浴是火焰加热型的,铸件的设计应确保火焰的燃烧产物不能沿试验杯壁上移或进入试验杯。

如果加热器是电阻式的,其结构应使表面的所有部件受热均匀。除非电阻加热元件分布在至少 80%空气浴的壁和底部,否则空气浴的壁和底部的厚度应不小于 6.4 mm。满足上述分布的电阻加热元件应位于空气浴内表面至少 4.0 mm 处,且空气浴的壁和底部最小厚度为 1.58 mm。

浴套应由金属制成,并装配成浴套和空气浴之间带空隙。浴套可以用三个螺丝和间隙衬套装在空气浴上。间隙衬套应该有足够的厚度,使空隙为 $4.8 \text{ mm} \pm 0.2 \text{ mm}$,其直径应不大于 9.5 mm。

附录 D

(规范性)

温度测量设备技术要求

D.1 电子测温设备

D.1.1 测温范围:至少可测环境温度至 370 °C。

D.1.2 显示分辨率:优于 0.5 °C。

D.1.3 精度(校正后):110 °C 以下为 0.5 °C,110 °C 以上为 1.0 °C。

D.1.4 浸没深度:小于 51 mm。

D.1.5 热响应时间:热相应时间为 $4\text{ s} \pm 2\text{ s}$ (63.2% 的热响应时间是依据 ASTM E1137 的原则)。

注 1: 数字温度测量设备指南见 ASTM E1137, IEC 60751 和 ASTM E2877。

63.2% 的热响应时间是指从空气中标称环境温度 20 °C 到搅动的水中标称环境温度 77 °C 的温度变化时间的 63.2%。

在不同温度范围内,只要任何非环境的热源被搅动且间隔小于 1 m,63.2% 的热响应时间是可以被测量的。

63.2% 的热响应时间的测量步骤可使用玻璃液体温度计。

注 2: 多个实验室的测试结果表明,宾斯基-马丁闪点测定仪的测温设备中的玻璃液体温度计里水银的平均 63.2% 的热响应时间为 3.5 s~5 s,现有的自动宾斯基-马丁闪点测定仪的测温设备中的电子温度测量设备的 63.2% 的热响应时间为 4.3 s。

D.2 玻璃液体温度计

D.2.1 本文件所使用的温度计应满足表 D.1 中的具体规定, ASTM 9C/IP 15C、ASTM 10C/IP 16C、ASTM 88C/IP 101C 可满足本文件的要求。

D.2.2 使用低毒精密液体的玻璃液体温度计符合 ASTM D2251 的要求,刻度误差、浸没深度、刻度标尺和尺寸要求等具体规格详见表 D.1,且热响应时间小于 9 s。某些替代的、低毒性的精密液体的膨胀系数比水银高得多,由于温度计杆校正的要求,这类液体的温度计不适用。镓基的玻璃液体温度计没有这个问题可以使用。

表 D.1 温度计技术规格

	低范围	中范围	高范围
温度范围/°C	-5~110	20~150	90~370
浸没深度/mm	57	57	57
刻度标尺:			
分度值/°C	0.5	1	2
长刻线间隔	1 和 5	5	10
数字标刻间隔	5	5	20
示值允差/°C	0.5	1.0	<260,1.0 ≥260,2.0

表 D.1 温度计技术规格 (续)

	低范围	中范围	高范围
安全泡:			
允许加热至/°C	160	200	370
总长度/mm	282~295	282~295	282~295
棒外径/mm	6.0~7.0	6.0~7.0	6.0~7.0
感温泡长度/mm	9~13	9~13	7~10
感温泡外径/mm	5.5~棒外径	5.5~棒外径	5.5~棒外径
刻线位置:			
感温泡底部至刻线	0 °C	20 °C	90 °C
距离/mm	85~95	85~95	80~90
刻度范围长度/mm	140~175	140~180	145~180
棒扩张部分:			
外径/mm	7.5~8.5	7.5~8.5	7.5~8.5
长度/mm	2.5~5.0	2.5~5.0	2.5~5.0
底部至感温泡底部距离/mm	64~66	64~66	64~66

参 考 文 献

- [1] GB/T 3536 石油产品 闪点和燃点的测定 克利夫兰开口杯法
 - [2] GB/T 5208 闪点的测定 快速平衡闭杯法
 - [3] GB/T 6683 石油产品试验方法精密度数据确定法
 - [4] GB/T 15000.3 标准样品工作导则(3) 标准样品 定值的一般原则和统计方法
 - [5] GB/T 15000.7 标准样品工作导则(7) 标准样品生产者能力的通用要求
 - [6] GB/T 15000.8 标准样品工作导则(8) 有证标准样品的使用
 - [7] GB/T 21775 闪点的测定 闭杯平衡法
 - [8] GB/T 21789 石油产品和其他液体闪点的测定 阿贝尔闭口杯法
 - [9] IEC 60751 Industrial platinum resistance thermometers and platinum temperature sensors
 - [10] ASTM D2251 Standard specification for liquid-in-glass ASTM thermometers with low-hazard precision liquids
 - [11] ASTM E1137 Standard Specification for Industrial Platinum Resistance Thermometers
 - [12] ASTM E2877 Standard Guide for Digital Contact Thermometers
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
闪点的测定 宾斯基-马丁闭口杯法

GB/T 261—2021

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.spc.org.cn

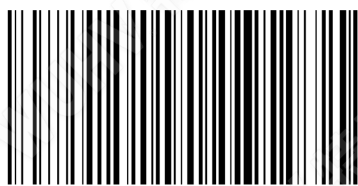
服务热线: 400-168-0010

2021年10月第一版

*

书号: 155066 · 1-68380

版权专有 侵权必究



GB/T 261—2021



码上扫一扫 正版服务到