



中华人民共和国国家计量技术规范

JJF 1384—2012

开口/闭口闪点测定仪校准规范

Calibration Specification for Open/Closed Cup
Flash Point Testers

2012-12-21 发布

2013-03-21 实施

国家质量监督检验检疫总局 发布

开口/闭口闪点测定仪

校准规范

Calibration Specification for Open/Closed Cup

Flash Point Testers

JJF 1384—2012

归口单位：全国物理化学计量技术委员会

主要起草单位：中国计量科学研究院

辽宁省计量科学研究院

参加起草单位：河北省计量监督检测院

山东中惠仪器有限公司

本规范委托全国物理化学计量技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

张正东（中国计量科学研究院）

吕仲兰（中国计量科学研究院）

艾明泽（辽宁省计量科学研究院）

参加起草人：

刘红彦（河北省计量监督检测院）

毕海成（山东中惠仪器有限公司）



目 录

引言	(II)
1 范围	(1)
2 引用文件	(1)
3 概述	(1)
4 计量特性	(1)
5 校准条件	(2)
5.1 环境条件	(2)
5.2 测量标准及其他设备	(2)
6 校准项目和校准方法	(2)
6.1 外观检查	(2)
6.2 校准前准备	(2)
6.3 示值重复性	(3)
6.4 示值误差	(4)
7 校准结果表达	(5)
8 复校时间间隔	(5)
附录 A 校准记录格式	(6)
附录 B 有证闪点标准物质列表	(7)
附录 C 校准证书内页格式	(8)
附录 D 示值误差校准结果的不确定度评定示例	(9)

引 言

本规范以 JJF 1071《国家计量校准规范编写规范》、JJF 1001《通用计量术语及定义》、JJF 1059《测量不确定度评定与表示》为基础性系列规范进行制定。

本规范根据国家标准 GB/T 3536—2008《石油产品 闪点和燃点的测定 克利夫兰开口杯法》和 GB/T 261—2008《闪点的测定 宾斯基-马丁闭口杯法》编制而成。分别适用于 GB/T 3536—2008 中的“闪点试验步骤”和 GB/T 261—2008 中的“步骤 A”。

本规范为首次发布。



开口/闭口闪点测定仪校准规范

1 范围

本规范适用于克利夫兰开口杯法闪点测定仪和宾斯基-马丁闭口杯法闪点测定仪（仅适用于 GB/T 261—2008 中的“步骤 A”）（以下简称闪点仪）的校准。

2 引用文件

GB/T 261—2008 闪点的测定 宾斯基-马丁闭口杯法

GB/T 3536—2008 石油产品 闪点和燃点的测定 克利夫兰开口杯法

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规范；凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本规范。

3 概述

根据测试条件不同，闪点通常包括开口闪点和闭口闪点两种类型。克利夫兰开口闪点是最常用的开口闪点，宾斯基-马丁闭口闪点是用得最广的闭口闪点。

克利夫兰开口杯法闪点测定仪考察的是在开放环境中液体的易燃程度，适用于开口闪点高于 79 °C 的、除燃料油以外的石油产品。其工作原理是把试样装入油杯中，至规定刻度线，先以一定速度快速升高试样温度，当接近试样预期闪点时，将升温速率降下来，缓慢匀速升温。到达预期闪点前某一温度开始，在规定的温度间隔，用一个小的试验火焰扫过试验杯，使试验火焰引起试样液面上部蒸气闪火时的最低温度作为试样开口闪点。

宾斯基-马丁闭口杯闪点测定仪考察的是在封闭环境中液体的易燃程度，适用于闭口闪点高于 40 °C 的馏分油、未使用过的润滑油及其他液体。工作原理是把试样装入试验杯至规定刻线，连续搅拌，同时缓慢匀速加热试样，到达预期闪点前某一温度开始，在规定的温度间隔，在中断搅拌的情况下，将一个小火焰引入杯中，试验火焰引起试样液面上的蒸气闪火时的最低温度作为试样闭口闪点。

开口/闭口闪点仪主要由加热装置、测温设备、点火系统和试验杯等部分组成，闭口闪点仪多一个带点火头入口的试验杯盖及一个搅拌装置。此外，自动闪点仪还配有程序升温系统和闪火检测系统。

4 计量特性

示值重复性与示值误差的技术指标参见表 1。

表 1 计量特性

单位:℃

序号	校准项目	克利夫兰开口杯		宾斯基-马丁闭口杯	
		≤200	>200	≤110	>110
1	示值重复性	8.0		3.0	5.0
2	示值误差	12.0	15.0	6.0	9.0

注：以上指标不是用于合格性判别，仅供参考。

5 校准条件

5.1 环境条件

5.1.1 校准时大气压为 98.0 kPa~104.7 kPa，环境温度为 10℃~35℃，相对湿度不大于 85%。

5.1.2 电源电压为 220 V±22 V，频率为 50 Hz±1 Hz。

5.1.3 具有闪点仪要求的燃料气源（根据具体仪器要求而定）。

5.1.4 实验室无强空气流动。

5.1.5 实验室备有灭火器和沙土等灭火材料。

5.1.6 闪点仪周围不得存放与实验无关的易燃、易爆和强腐蚀性的气体和溶剂，不得有强电磁干扰及明显机械振动。

5.2 测量标准及其他设备

5.2.1 测量标准

闪点仪校准必须根据实际需要，分别选用合适的、由国家计量行政部门批准颁布的克利夫兰开口和宾斯基-马丁闭口闪点标准物质。

5.2.2 其他设备

气压计：分辨力不低于 0.1 kPa。

6 校准项目和校准方法

6.1 外观检查

闪点仪应具有名称、型号、制造厂、出厂编号等标识。仪器各部件齐全且连接良好，各旋钮及按键应能正常工作，无影响使用性能的缺陷。

闪点仪配套的试验杯清洁完好，内壁刻线清晰平滑。宾斯基-马丁闭口闪点仪应带有与试验杯匹配的杯盖。

6.2 校准前准备

6.2.1 闪点仪的放置

仪器应安装在无空气流的房间里，并放在平整的台面上。有条件的试验室，最好将仪器放置在通风橱内，试验时必须关闭通风设备，待试验完成后再打开。

6.2.2 试验杯的清洗

根据上次测量对象的性质，选择合适的清洗溶剂。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-甲醇可有效去除胶质类的沉积物。

先用清洗溶剂冲洗试验杯及杯盖等附件，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。

6.2.3 标准物质装入

选择与仪器常用测量温度接近的闪点标准物质，装入试验杯，使试样的弯月面顶部恰好位于试验杯的装液刻线。

开口闪点仪校准时，装入试验杯的试样应没有气泡和泡沫，否则应小心除去，并确保试样液面处于正确位置。如果在试验最后阶段试样表面仍有泡沫存在，则此次结果作废。

6.3 示值重复性

6.3.1 第一次闪点测量 (T_1)

自动闪点仪校准时，需将标准物质标准值设置为预期闪点值。手动仪器校准时，也需将标准值作为预期闪点值，在阶段控制升温速率时加以关注。

记录试验期间仪器附近的环境大气压。

(1) 开口闪点仪测量步骤

将装有标准物质的试验杯放在加热板上，垂直插入仪器自带温度计，使其感温泡底部距离试验杯底部约 6 mm。

点燃试验火焰，调节火焰直径为 3.2 mm~4.8 mm。如果仪器安装了金属比较小球，应与金属比较小球直径相同。

开始加热时，试样的升温速率为 14 °C/min~17 °C/min。当试样温度达到预期闪点前约 56 °C 时，减慢加热速率，使试样在预期闪点前 23 °C ± 5 °C 时升温速率达到 5 °C/min~6 °C/min。试验过程中，应避免在试验杯附近随意走动或呼吸，以防扰动试样蒸气。

在预期闪点前 23 °C ± 5 °C 时，开始用试验火焰扫划，温度每升高 2 °C 扫划一次。用平滑、连续的动作扫划，试验火焰每次通过试验杯所需时间约为 1 s，试验火焰应在与通过温度计的试验杯直径成直角的位置上划过试验杯中心，扫划时以直线或沿着半径至少为 150 mm 圆来进行。试验火焰的中心必须在试验杯上边缘上 2 mm 以内的平面上移动。先向一个方向扫划，下次再向相反方向扫划。

当在试样液面上的任何一点出现闪火时，立即记录温度计的温度读数，作为观察闪点 T_1 。

如果观察闪点与最初点火温度相差少于 18 °C，则此次结果无效。应重新测定，调整最初点火温度，直到得到有效结果，即此结果应比最初点火温度高 18 °C 以上。

(2) 闭口闪点仪测量步骤

将装有标准物质的试验杯放入加热室，确保试验杯就位或锁定装置连接好后插入仪器自带温度计。

点燃试验火源，将火焰直径调节为 3 mm~4 mm。对于装有电子点火器的设备，需将其打开，并按仪器说明书要求，调节电子点火器的强度。

整个试验期间，试样的升温速率均为 5 °C/min~6 °C/min，同时进行搅拌，搅拌速率为 90 r/min~120 r/min。

待试样升温到预期闪点以下 $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 开始点火，点火时中断搅拌，火焰在 0.5 s 内下降至试验杯的蒸气空间内，并在此位置停留 1 s ，然后迅速升高回原位置。

当试样预期闪点不高于 $110\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时，试样每升高 $1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 点火一次，当试样预期闪点高于 $110\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时，试样每升高 $2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 点火一次。

当火源引起试验杯内产生明显闪火时，立即记录温度计的读数，作为观察闪点 T_1 。

如果所记录的闪点温度与最初点火温度的差值少于 $18\text{ }^{\circ}\text{C}$ 或高于 $28\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，则此次结果无效。应重新测定，调整最初点火温度，直到获得有效测量结果，即观察闪点与最初点火温度应在 $18\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 28\text{ }^{\circ}\text{C}$ 范围以内。

手动闪点仪校准时，应严格按照上述升温速率和火焰尺寸要求控制试验。自动闪点仪校准时，升温速率以仪器自身设置为准，火焰尺寸需按照上述要求进行调节，对于电阻丝点火的闪点仪，按照说明书要求调节点火头强度。

6.3.2 第二次闪点测量 (T_2)

T_2 与 T_1 的测量条件相同。

倒掉试验杯中已使用过的标准物质，清洗并干燥试验杯，选择相同编号且同一批次的标准物质装入并测量，结果记为 T_2 。

6.3.3 示值重复性计算

用公式 (1) 计算闪点仪示值重复性。

$$\delta_r = |T_1 - T_2| \quad (1)$$

式中：

δ_r ——闪点仪示值重复性， $^{\circ}\text{C}$ ；

T_1 ——第一次观察闪点， $^{\circ}\text{C}$ ；

T_2 ——第二次观察闪点， $^{\circ}\text{C}$ 。

6.4 示值误差

两次测量结果的算术平均值记为实测值 \bar{T} 。按照公式 (2)，将 \bar{T} 修正到标准大气压 (101.3 kPa) 下的闪点 \bar{T}_{corr} 。开口闪点仪修约至整数，闭口闪点仪修约至 $0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

$$\bar{T}_{\text{corr}} = \bar{T} + 0.25(101.3 - p) \quad (2)$$

式中：

\bar{T}_{corr} ——经过大气压修正的闪点测量值， $^{\circ}\text{C}$ ；

\bar{T} ——闪点实测值， $^{\circ}\text{C}$ ；

p ——实测环境下大气压， kPa 。

注：本公式仅限大气压在 $98.0\text{ kPa} \sim 104.7\text{ kPa}$ 范围内。

如果测得的大气压读数不是以 kPa 为单位的，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 $\times 0.1 =$ 以 kPa 为单位的读数

以 mbar 为单位的读数 $\times 0.1 =$ 以 kPa 为单位的读数

以 mmHg 为单位的读数 $\times 0.1333 =$ 以 kPa 为单位的读数

将 \bar{T}_{corr} 作为闪点仪示值，标准物质标准值记为 T_s 。闪点仪示值误差由公式 (3) 计算得到。

$$\delta_R = \bar{T}_{\text{corr}} - T_S \quad (3)$$

式中：

δ_R ——闪点仪示值误差，℃；

\bar{T}_{corr} ——闪点仪示值（经过大气压修正的闪点测量值），℃；

T_S ——标准物质标准值，℃。

7 校准结果表达

按本校准规范要求校准的仪器，出具校准证书。证书包括封页、内页，需注明每页及总页数的标识。封页包括标题（即“校准证书”）、证书的标识（即编号）、送校单位的名称和地址、被校对象的描述和标识、校准依据技术文件、校准使用的标准及其溯源性、校准证书签发人的签名等信息。内页包括校准项目、校准结果及其不确定度的说明等信息（校准规范证书格式见附录 C）。

8 复校时间间隔

复校时间间隔建议为 1 年。由于复校时间间隔的长短是由仪器的使用情况、使用者、仪器本身质量等诸因素所决定的，因此送校单位可根据实际使用情况自主决定复校时间间隔。

附录 A

校准记录格式

送校单位			
仪器名称		型号	
制造厂		出厂编号	
校准地点			
校准日期		环境温度/℃	
相对湿度/%		大气压/hPa	
依据技术文件			
校准员		记录编号	
核验员		证书编号	

A.1 外观检查

仪器检查	
试验杯检查	

A.2 闪点仪示值重复性

单位:℃

标准物质编号		标准物质批号	
预期闪点			
实测闪点	T_1		
	T_2		
示值重复性 δ_r			

A.3 闪点仪示值误差

单位:℃

实测值 \bar{T}		
闪点仪示值 \bar{T}_{corr} (经大气压修正)		
标准物质	标准值 T_s	
	不确定度 ($k=2$)	
示值误差 δ_R		

附录 B

有证闪点标准物质列表

名称	编号	标称值/℃	不确定度/℃ ($k=2$)
宾斯基-马丁闭口 闪点标准物质	GBW (E) 110047	70	3.0
	GBW (E) 110048	95	3.0
	GBW (E) 110049	110	4.4
	GBW (E) 110050	140	4.4
	GBW (E) 110051	150	4.4
	GBW (E) 110052	160	4.4
克利夫兰开口 闪点标准物质	GBW (E) 110053	115	6.0
	GBW (E) 110054	140	6.0
	GBW (E) 110055	170	6.0
	GBW (E) 110056	220	7.4

附录 C

校准证书内页格式

校准地点		环境温度/℃	
相对湿度/%		大气压/hPa	
依据技术文件			
标准物质编号		标物批号	

外观检查

检查项目	检查结果
仪器检查	
试验杯检查	

校准结果

单位:℃

校准项目	校准结果
标准物质标准值 T_s	
第一次观测闪点 T_1	
第二次观测闪点 T_2	
示值重复性 δ_r	
示值(经大气压修正) T_{corr}	
示值误差 δ_R	
校准结果合成标准不确定度	

闪点仪校准结果: (±)℃; $k=2$ 。

校准员:

核校员:

附录 D

示值误差校准结果的不确定度评定示例

D.1 测量方法

闪点仪的校准是将其对闪点标准物质两次测量的算术平均值，在大气压修正后，与标准物质的标准值进行比较，以二者之差作为闪点仪示值误差 δ_R 。

D.2 测量模型

$$\text{示值误差公式: } \delta_R = \bar{T}_{\text{corr}} - T_S$$

式中：

δ_R ——闪点仪示值误差， $^{\circ}\text{C}$ ；

\bar{T}_{corr} ——闪点仪示值（闪点仪两次测量结果算术平均值，并经过大气压修正）， $^{\circ}\text{C}$ ；

T_S ——标准物质的标准值， $^{\circ}\text{C}$ 。

D.3 方差和灵敏系数

因为 $u_c^2(y) = \sum \left[\frac{\partial f}{\partial x_i} \right]^2 u^2(x_i)$ ，可知

$$u_c^2 = u^2(\delta_R) = c_1^2(\bar{T})u_1^2(\bar{T}) + c_2^2(T_S)u_2^2(T_S)。$$

$$\text{式中: } c_1(\bar{T}) = \frac{\partial \delta_R}{\partial \bar{T}} = 1$$

$$c_2(T_S) = \frac{\partial \delta_R}{\partial T_S} = -1$$

$$\text{则 } u_c^2 = u_1^2(\bar{T}_{\text{corr}}) + u_2^2(T_S)$$

D.4 标准不确定度一览表

序号	不确定度来源	分量描述	标准不确定度符号
1	标准值不确定度	标准物质引入的分量	u_1
2	仪器示值不确定度	温度计分辨力引入的分量	u_2
		点火测试温度间隔引入的分量	u_3
		大气压修正所引入的分量	u_4
		示值重复性引入的分量	u_5

D.5 计算标准不确定度分量

D.5.1 标准物质引入的不确定度分量 u_1

校准所用标准物质的证书上可查到标准值的扩展不确定度和包含因子，以闭口闪点标准物质 GBW (E) 110050 为例， $U=4.4^{\circ}\text{C}$ ($k=2$)，则

$$u_1 = \frac{4.4}{2} = 2.2(^{\circ}\text{C})$$

D. 5.2 温度计分辨力引入的不确定度分量 u_2

根据闪点仪所带温度计的具体情况计算，以自动闪点仪常带的铂电阻数显温度计为例，分辨力为 0.1°C ，按均匀分布计算，得

$$u_2 = \frac{0.1 \times \frac{1}{2}}{\sqrt{3}} = 0.029(^{\circ}\text{C})$$

D. 5.3 点火测试温度间隔引入的不确定度分量 u_3

根据 GB/T 261—2008 的规定，对于闭口闪点测试，当预期闪点不高于 110°C 时，试样每升高 1°C 点火测试一次；当预期闪点高于 110°C 时，试样每升高 2°C 点火测试一次。当点火温度间隔不同时，由此引入的不确定度分量也会有明显差异。GBW (E) 110050 预期闪点高于 110°C ，按均匀分布处理，则

$$u_3 = \frac{2 \times \frac{1}{2}}{\sqrt{3}} = 0.58(^{\circ}\text{C})$$

D. 5.4 大气压修正引入的不确定度分量 u_4

GB/T 261—2008 规定，需要对测量结果进行大气压修正，将观察得到的闪点值修正到标准大气压下闪点值，精确到 0.5°C 。大气压修正引入的不确定度分量按均匀分布处理，对 GBW (E) 110050 的测量，得

$$u_4 = \frac{0.5 \times \frac{1}{2}}{\sqrt{3}} = 0.14(^{\circ}\text{C})$$

D. 5.5 示值重复性引入的不确定度分量 u_5

对每个标准物质重复测量两次，用极差法计算示值重复性引入的不确定度分量。假定结果分别为 144.0°C 和 142.0°C ，则

$$u_5 = \frac{R}{C} = \frac{144.0 - 142.0}{1.13} = 1.77(^{\circ}\text{C})$$

式中：

R ——两次测量结果之差， $^{\circ}\text{C}$ ；

C ——极差系数。

D. 6 合成标准不确定度

$$u_c = \sqrt{\sum_{i=1}^5 u_i^2} = 2.9(^{\circ}\text{C})$$

D. 7 扩展不确定度

取 $k=2$ ，则

$$U=5.8\text{ }^{\circ}\text{C}$$

D.8 结果表达

闪点仪校准结果： $(143.0\pm 5.8)^{\circ}\text{C}$ ； $k=2$ 。

