中华人民共和国工业和信息化部 发布

××××-××-××实施

××××-××-××发布

微量闭口闪点仪校准规范

**Calibration Specification**

**for Micro Closed Cup Flash Point Testers**

（报批稿）

**JJF**（石化）××—××



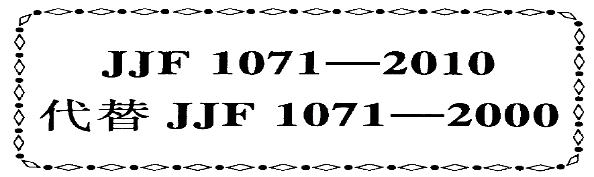
中华人民共和国工业和信息化部

石油和化工计量技术规范

微量闭口闪点仪校准规范

**Calibration Specification**

**for Micro Closed Cup Flash Point Testers**



**JJF**（石化）××—××

归 口 单 位：中国石油和化学工业联合会

主要起草单位：宁波海关技术中心

宁波中盛产品检测有限公司

参加起草单位：上海人和科学仪器有限公司

杭州仰仪科技有限公司

本规范委托全国石油和化工行业计量技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

俞雄飞（宁波海关技术中心）

王夏天（宁波海关技术中心）

王巧英（宁波中盛产品检测有限公司）

王成珂（宁波中盛产品检测有限公司）

徐 立（宁波中盛产品检测有限公司）

参加起草人：

上海人和科学仪器有限公司（张海滨）

杭州仰仪科技有限公司（叶树亮）

目 录

[引 言 （Ⅱ）](#_Toc57729368)

[1 范围 （1）](#_Toc57729369)

[2 引用文件](#_Toc57729370) （1）

[3 术语与定义 （1）](#_Toc57729371)

[4 概述 （4）](#_Toc57729374)

[4.1 闪点及测定方法 （4）](#_Toc57729377)

[4.2 微量闭口闪点仪的构造 （4）](#_Toc57729378)

[5 计量特性 （4）](#_Toc57729375)

[6 校准条件 （4）](#_Toc57729376)

[6.1 环境条件 （4）](#_Toc57729377)

[6.2 测量标准及其他设备 （4）](#_Toc57729378)

[7 校准项目和校准方法 （5）](#_Toc57729379)

[7.1 校准项目 （5）](#_Toc57729380)

[7.2 校准方法 （5）](#_Toc57729381)

[8 校准结果 （7）](#_Toc57729382)

[8.1 校准记录 （7）](#_Toc57729383)

[8.2 校准证书 （7）](#_Toc57729384)

[8.3 不确定度 （7）](#_Toc57729385)

[9 复校时间间隔 （8）](#_Toc57729386)

[附录A](#_Toc57729387) [微量闭口闪点仪校准记录格式 （8）](#_Toc57729388)

[附录B](#_Toc57729389) [微量闭口闪点仪校准证书格式 （9）](#_Toc57729390)

[附录C](#_Toc57729391) [校准结果的不确定度评定示例 （10）](#_Toc57729392)

## 引 言

本规范依据JJF 1071-2010《国家计量校准规范编写规则》、JJF 1001-2011《通用计量术语及定义》、JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》等基础性系列规范进行编制。

本规范根据标准SN/T 3077.1-2012《常闭式闭口杯闪点测定法》、SN/T 3077.2-2012《闪点的测定 改良连续闭杯法》、SH/T 0768-2005《闪点测定法（常闭式闭口杯法）》和DL/T 1354-2014《电力用油闭口闪点测定 微量常闭法》编制而成。

本规范为首次发布。

微量闭口闪点仪校准规范

# 1 范围

本规范适用于“非平衡测试法”的微量闭口闪点仪的校准。

# 2 引用文件

本规范引用了下列文件：

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》

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》

SN/T 3077.1-2012《常闭式闭口杯闪点测定法》

SN/T 3077.2-2012《闪点的测定 改良连续闭杯法》

SH/T 0768-2005《闪点测定法（常闭式闭口杯法）》

DL/T 1354-2014《电力用油闭口闪点测定 微量常闭法》

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 术语与定义

下列术语和定义适用于本规范。

闪点 flash point

在规定的试验条件下，用火源引起试样蒸气瞬间闪火的最低温度（校正到101.3kPa压力下）。

（注：在闭合的测试室中，当热焰引起的瞬间增压不少于20kPa时，确认试验已闪火。）

动态 dynamic

引入火源时试样上的蒸气和试样未达到温度平衡时的状态。

# 4 概述

4.1 闪点及测定方法

闪点不是一个不变的物理化学性质。它与仪器的构造、使用装置的状况、操作程序相关。因此，闪点只能根据标准测试方法进行定义，不同试验方法或不同测试仪器，在结果之间不能保证普遍有效的相关性。

一般将闪点测定方法分为三大类：平衡测试法、快速平衡测试法和非平衡测试法。这三种测试类型以及相关联的仪器是根据试样的温度稳定水平、升温速率以及产生的蒸气、试样量和测试时间来划分。本校准规范所涉及的方法是非平衡测试法，是一个动态方法。

4.2 微量闭口闪点仪的构造

微量闭口闪点仪是通过测试在测试室内连续闭口杯中燃烧之后的压力增加来检测闪点。微量闭口闪点仪的示意图见图1；测试室的示意图见图2；盖子/样品杯室的示意图见图3。

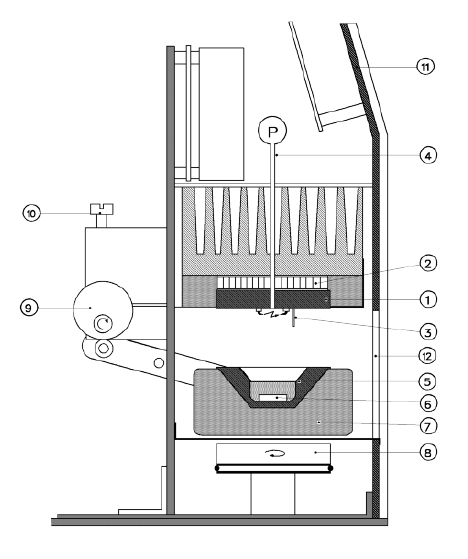


图1 微量闭口闪点仪的示意图

1-烘箱金属板；2-帕尔贴元件；3-样品温度传感器；4-压力连接管；5-样品杯；6-搅拌磁铁；7-样品架；8-转动式磁铁；9-样品电梯凸轮装置；10-样品电梯调节螺丝；11-前面板；12-样品杯开口

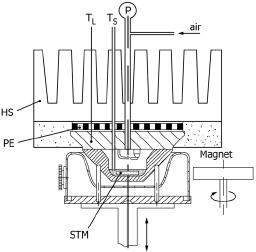


图2 测试室的示意图

TL-盖子温度传感器；TS-样品温度传感器；Air-空气进气口；P-压力传感器；HS-散热装置；PE-珀尔帖元件；Manget-转动式磁铁；STM-搅拌磁铁

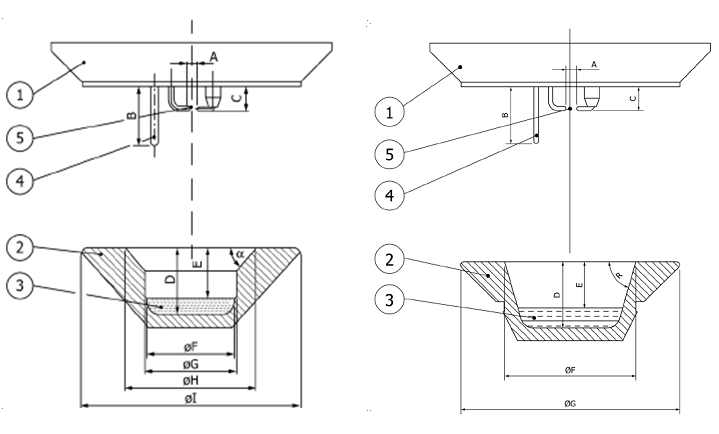


图3盖子/样品杯室的示意图

（左侧标准SN/T 3077.1-2012、SH/T 0768-2005和DL/T 1354-2014的盖子/样品杯室的示意图：1—盖子，由黄铜制成；2—样品杯，由镀镍的铝制成；3—1mL的样品；4—样品温度传感器（NiCr-Ni热电偶）；5—电弧针，由不锈钢制成。A：（2.5±0.2）mm；B：（14±0.3）mm；C：（5.5±0.2）mm；D：（15±0.5）mm；E：11.5mm；F：20mm；G：21mm；H：30mm；I：50mm；α：45°。）

（右侧标准SN/T 3077.2-2012的盖子/样品杯室的示意图：1—盖子，由黄铜制成；2—样品杯，由镀镍的铝制成；3—2mL的样品；4—样品温度传感器（NiCr-Ni热电偶）；5—电弧针，由不锈钢制成。A：（2.5±0.2）mm；B：（14±0.3）mm；C：（5.5±0.2）mm；D：（15±0.3）mm；E：10.5mm；F：30mm；G：50mm；R：74°。）

# 5 计量特性

具体计量特性见表1。

表1 微量闭口闪点仪计量特性一览表

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 校准项目 | 常闭式闭口杯法 | 改良连续闭杯法 |
| 1 | 示值重复性 | 1.9℃ | 4.1℃ |
| 2 | 示值误差 | MPE±2.2℃ | MPE±3.9℃ |
| 注：以上指标不是用于合格性判别，仅供参考。 | | | |

# 6 校准条件

6.1 环境条件

6.1.1温度条件

环境温度：（25±15）℃。

6.1.2 湿度条件

相对湿度：不大于75%，无冷凝。

6.1.3 其它条件

装置应置于通风橱内，确保仪器适当通风。请勿在潮湿环境下和爆炸环境中使用仪器，保持仪器表面的清洁和干燥。微量闭口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。实验室备有灭火器和沙土等灭火材料。

6.2 测量标准及其他设备

6.2.1 测量标准

微量闭口闪点仪校准选用有证标准物质（CRM）— 按照GB/T 15000.3、GB/T 15000.7，由方法指定的实验室间确定了标准闪点的稳定烃类或其他稳定的石油产品。标准物质（CRM）供应商将提供证书，说明当前生产批次的每个材料的特定方法闪点。这些其他标准物质（CRM）的限值的计算可以从标准测试方法的再现性的值乘以 0.7确定。此值提供至少 90% 的标称覆盖率，置信度为 95%。表2中所列的是符合方法精密度要求的苯甲醚（纯度大于99.7%（摩尔分数））和正十二烷（纯度大于99.5%（摩尔分数））的数值。

表2 微量闭口闪点仪有证标准物质（CRM）的闪点数据和限值

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 物质 | 纯度（摩尔分数），% | SN/T 3077.1-2012  SH/T 0768-2005  DL/T 1354-2014 | | SN/T 3077.2-2012 | | |
| 闪点 | 限值 | 闪点 | 限值 |
| 苯甲醚 | 大于99.7 | 43.9 | ±1.5 | 43.3 | ±1.5 |
| 正十二烷 | 大于99.5 | 79.0 | ±2.1 | 78.6 | ±2.1 |

单位：℃

6.2.2 其他设备

气压计：分辨力不低于0.1kPa。

注：许多用于气象站和飞机场的金属气压计，已预先校正到海平面读数，这些气压计不能用于仪器校准。

# 7 校准项目和校准方法

7.1校准项目

微量闭口闪点仪的校准项目见表1。

7.2 校准方法

7.2.1 校准前检查

7.2.1.1 外观检查

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

微量闭口闪点仪配套的样品杯清洁完好，不能有残留物，内壁刻线清晰；加热器表面不能有残留物和划痕；温度传感器清洁完好，保持竖直不要弯曲；电弧针必须清洗干净，使其针尖表面恢复金属特性,方便点火。

7.2.1.2 压力传感器检查

用环境大气压作为参考对压力传感器进行校准。如果显示的大气压与环境大气压不同，调节传感器控制直至观察到适当的读数。环境大气压是试验者在测试时当地实际位置的压力。

7.2.2 标准物质校准

试验前应彻底清洗盖子、电弧针和样品杯，并进行干燥，确保除尽用于仪器清洗的任何溶剂。将空的干燥的样品杯与盖子一起加热，其温度至少比标准物质（CRM）的预期闪点高30℃。（注：样品杯的干燥加热过程，可消除可能存在的来自于剩余蒸气的交叉污染。）

选择与仪器常用测量温度接近的闪点标准物质，用移液枪或注射器装入样品杯中，观察样品的弯月面顶部是否恰好位于样品杯的装液刻线。将样品杯放入样品杯架上，并根据标准选择测试程序。设置初始点火温度，应比标准物质（CRM）的预期闪点至少低18℃，设置最终温度，应高于标准物质（CRM）的预期闪点。

标准SN/T 3077.1-2012、SH/T 0768-2005和DL/T 1354-2014的测试程序：加热速率：5.5℃/min±0.5℃/min；点火频率：1.0℃/次；空气导入量：1.5mL±0.5mL；闪点检测压力临界值：20kPa；样品量：1mL±0.1mL。

标准SN/T 3077.2-2012的测试程序：加热速率：2.5℃/min±0.3℃/min；点火频率：1.0℃/次；空气导入量：试验温度80℃以下为0mL，81℃到150℃为0.5mL±0.15mL，151℃到200℃为1.0mL±0.2mL，201℃到300℃为1.5mL±0.3mL，301℃以上为2.0 mL±0.4mL；闪点检测压力临界值：20kPa；样品量：2mL±0.2mL。

选取标准对应的测试程序用微量闭口闪点仪对标准物质(CRM)的闪点进行测定，得到第一次闪点的结果，记为；倒掉样品杯中已使用过的标准物质，清洗并干燥样品杯、温度传感器和电弧针，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。对其进行大气压校正，所测得的闪点经校正符合6.2.1。

用公式（1）计算校正的闪点。

（1）

式中：

*C*—观察到的闪点，℃；

*P*—环境大气压，kPa；

校正后的闪点修约至0.5℃。

7.2.3 示值重复性计算

用公式（2）计算微量闭口闪点仪示值重复性。

（2）

式中：

*—*微量闭口闪点仪示值重复性，℃；

*—*第一次测得闪点的结果，℃；

*—*第二次测得闪点的结果，℃。

7.2.4 示值误差计算

两次测量结果的算术平均值记为实测值。按公式（1）将修正到标准大气压（101.3kPa）下的闪点*corr*。将*corr*作为微量闭口闪点仪示值，标准物质（CRM）的标准值记为。闪点仪示值误差由公式（3）计算得到。

*corr* （3）

式中：

—微量闭口闪点仪示值误差，℃；

*corr*—微量闭口闪点仪示值（经过大气压修正的闪点测量值），℃；

—标准物质标准值，℃。

# 8 校准结果

8.1 校准记录

校准记录应尽可能详尽记录测量数据和计算结果，推荐的校准记录格式见附录A。

8.2 校准证书

经校准的微量闭口闪点仪应出具校准证书。校准证书包括的信息应符合JJF1071-2010中5.12的要求，推荐的微量闭口闪点仪校准结果格式见附录B。

8.3 不确定度

校准证书应给出各校准项目的扩展不确定度，评定示例见附录C。

# 9 复校时间间隔

微量闭口闪点仪的复校时间间隔建议不超过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 |  | 仪器型号 |  |
| 制造厂商 |  | 出厂编号 |  |
| 校准地点 |  | | |
| 校准日期 |  | 环境温度/℃ |  |
| 相对湿度/% |  | 大气压/kPa |  |
| 依据技术文件 |  | | |
| 校准员 |  | 记录编号 |  |
| 核验员 |  | 证书编号 |  |

外观检查

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 仪器外观干净完整，运转正常 | 是□ 否□ | 备注： |
| 样品杯清洁完好 | 是□ 否□ | 备注： |
| 温度传感器清洁完好无弯曲 | 是□ 否□ | 备注： |
| 电弧针完好，针头有金属光泽 | 是□ 否□ | 备注： |
| 加热器表面清洁完好无划痕 | 是□ 否□ | 备注： |
| 压力传感器的示值与环境大气压误差是否在±0.5kPa范围内 | 是□ 否□ | 备注： |

微量闭口闪点仪示值重复性

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 标准物质编号 |  | 标准物质批号 |  |
| 测试方法 |  | 设置的初始温度/℃ |  |
| 实测闪点 | /℃ |  | |
| /℃ |  | |
| 示值重复性/℃ | |  | |

微量闭口闪点仪示值误差

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 实测闪点平均值/℃ | |  |
| 大气压修正后闪点值/℃ | |  |
| 标准物质 | 标准值/℃ |  |
| 不确定度（）/℃ |  |
| 示值误差/℃ | |  |

附录B

# 校准证书结果格式

证书编号：

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 校准地点 |  | | 环境温度/℃ |  |
| 相对湿度/% |  | | 大气压/kPa |  |
| 依据技术文件 | |  | | |
| 标准物质编号 |  | | 标准物质批号 |  |

外观检查

|  |  |
| --- | --- |
| 检查项目 | 检查结果 |
| 仪器检查 |  |
| 样品杯检查 |  |
| 温度传感器检查 |  |
| 电弧针检查 |  |
| 加热器检查 |  |
| 压力传感器检查 |  |

校准结果 单位：℃

|  |  |
| --- | --- |
| 校准项目 | 校准结果 |
| 标准物质标准值 |  |
| 第一次测试闪点值 |  |
| 第二次测试闪点值 |  |
| 示值重复性 |  |
| 闪点平均值（经大气压修正） |  |
| 示值误差 |  |
| 校准结果合成标准不确定度 |  |

微量闭口闪点仪校准结果：（ ± ）℃；=2。

校准员：

核验员：

附录C

校准结果的不确定度评定示例

C.1 校准方法

微量闭口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*corr*，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。

C.2 测量模型

示值误差公式： *corr* （C.1）

式中：

—微量闭口闪点仪示值误差，℃；

*corr*—微量闭口闪点仪示值（经过大气压修正的闪点测量值），℃；

—标准物质标准值，℃。

C.3 方差和灵敏系数

因为，可知

。 （C.2）

式中：

则 （C.3）

C.4 标准不确定度分量一览表

标准不确定度分量一览表见表C.1.

表C.1 标准不确定度分量一览表

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 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 |  |
| 2 | 仪器示值不确定度 | 温度传感器分辨力引入的分量 |  |
| 电弧针测试温度间隔引入的分量 |  |
| 大气压修正所引入的分量 |  |
| 示值重复性引入的分量 |  |

C.5 计算标准不确定度分量

C.5.1 标准物质引入的不确定度分量

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，根据标准SN/T 3077.1-2012以表2中标准物质苯甲醚为例，U=1.5℃（=2），得：

C.5.2 温度传感器分辨力引入的不确定度分量

根据微量闭口闪点仪所带温度传感器的具体情况计算，以GRABNER微量闭口闪点仪FLPL的温度传感器（NiCr-Ni）为例，精确度为0.2℃，按均匀分布计算，得：

C.5.3 电弧针测试温度间隔引入的不确定度分量

根据所采用标准的规定，测试温度间隔为1.0℃，按均匀分布处理，得：

C.5.4 大气压修正所引入的不确定度分量

根据所采用标准的规定，将观察得到的闪点值修正到标准大气压下的闪点值，精确到0.5℃，按均匀分布处理，得：

C.5.5 示值重复性引入的不确定度分量

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。标准物质苯甲醚闪点测试结果分别为45.0℃和44.0℃，得：

式中：

—两次测量结果之差，℃；

—极差系数。

C.6 合成标准不确定度

各分量之间相互独立，互不相关，因此，合成标准不确定度，得：

C.7 扩展不确定度*U*

扩展不确定度*，*取包含因子*k*=2，微量闭口闪点仪测量结果的扩展不确定度，得：

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

**JJF（石化） ×× — ××**