

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

JJF（石化）XXX-XXXX

快速平衡闭杯法闪点测定仪校准规范
Calibration Specification for Rapid Equilibrium Closed Cup Method Flash
Point Tester
(报批稿)

XXXXX-XX-XX发布

XXXXX-XX-XX实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

快速平衡闭杯法闪点测定 仪校准规范

Calibration Specification for Rapid
Equilibrium Closed Cup Method Flash
Point Tester

JJF（石化）XXX-XXXX

归口单位：中国石油和化学工业联合会

主要起草单位：浙江省化工产品质量检验站有限公司

参加起草单位：深圳海关工业品检测技术中心

河南海克尔仪器仪表有限公司

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：

许丹红（浙江省化工产品质量检验站有限公司）
陈佳怡（浙江省化工产品质量检验站有限公司）
王焕维（浙江省化工产品质量检验站有限公司）
褚晨啸（浙江省化工产品质量检验站有限公司）

参加起草人：

刘 冬（深圳海关工业品检测技术中心）
鲁云峰（河南海克尔仪器仪表有限公司）
傅 俊（河南海克尔仪器仪表有限公司）
彭 广（河南海克尔仪器仪表有限公司）

目 录

引言.....	(II)
1 范围.....	(1)
2 引用文件.....	(1)
3 概述.....	(1)
4 计量特性.....	(2)
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.....	(3)
6.1 校准项目.....	(3)
6.2 校准方法.....	(3)
7 校准结果.....	(5)
7.1 校准记录.....	(5)
7.2 校准证书.....	(5)
7.3 不确定度.....	(5)
8 复校时间间隔.....	(5)
附录 A 功能性核查用参考物质举例表.....	(6)
附录 B 快速平衡闭杯法闪点测定仪校准记录格式.....	(6)
附录 C 快速平衡闭杯法闪点测定仪校准证书的内页格式.....	(9)
附录 D 温度示值误差测量结果不确定度评定示例.....	(10)
附录 E 计时器示值误差测量结果不确定度评定示例.....	(14)

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。

本规范主要参考 GB/T 5208-2008《闪点的测定 快速平衡闭杯法》、GB/T 21790-2025《闪点的测定 用小型闭杯测定仪测定闪燃非闪燃和闪点的方法》和 ISO 3679: 2022《闪燃、非闪燃和闪点的测定—快速平衡闭杯法》制定。

本规范为首次发布。

快速平衡闭杯法闪点测定仪校准规范

1 范围

本规范适用于对快速平衡闭杯法闪点测定仪的校准。

2 引用文件

本规范引用了下列文件：

JJF 1071-2010 国家计量校准规范编写规则

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

快速平衡闭杯法闪点测定仪（以下简称测定仪）主要由温度传感器、火焰喷嘴、试验杯、计时器等组成。将试验杯加热到规定温度，将规定体积的试验物质加入试验杯中，待计时器发出计时信号时移动滑板，施加试验火焰随后移去，同时观察试验物质是否出现闪火现象，并记录观察到的闪点（温度）。试验杯平面图见图 1，试验杯剖面图见图 2。

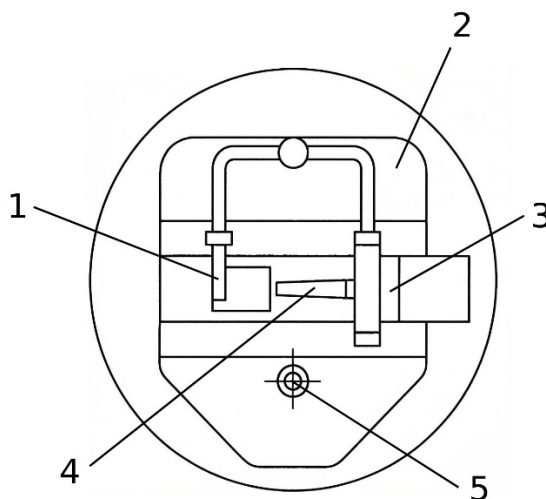


图 1 试验杯平面图

1—引导火焰喷嘴；2—试验杯盖；3—滑板；4—试验火焰喷嘴；5—加样孔

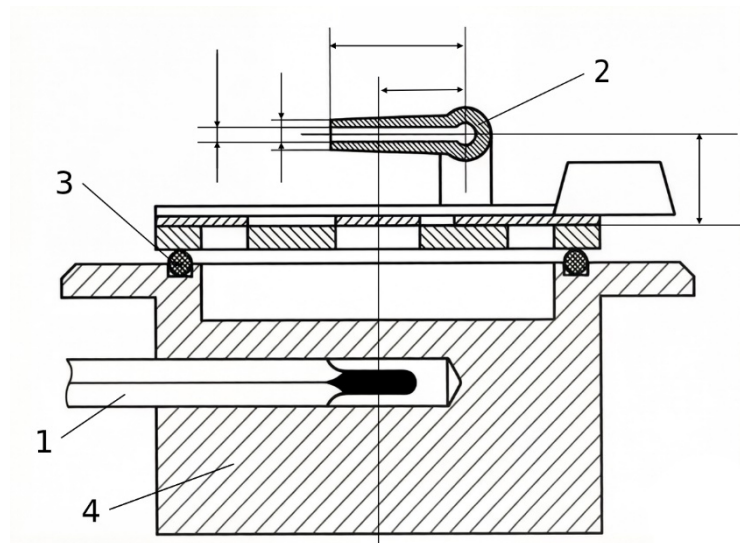


图2 试验杯剖面示意图

1— 温度传感器；2—试验火焰喷嘴；3—O 型密封圈；4—试验杯

4 计量特性

具体计量特性见表 1。

表 1 测定仪计量特性一览表

序号	项目		技术要求
1	温度示值误差/℃	≤100	MPE： ±0.5
		>100~≤200	MPE： ±1
		>200	MPE： ±2
2	计时器示值误差/s		MPE： ±1
注： 1.MPE 为最大允许误差。 2. 以上指标不适用于合格性判别，仅供参考。			

5 校准条件

5.1 环境条件

5.1.1 环境大气压

大气压：98.0kPa~104.7kPa。

5.1.2 温度条件

环境温度：(5~30)℃。

5.1.3 湿度条件

相对湿度：不大于 75 %，无凝露。

5.1.4 其他条件

实验室无强空气流动。

5.2 测量标准及其他设备

测量标准及其他设备见表 2。

表 2 校准项目和测量标准

序号	校准项目	测量标准名称及技术要求
1	温度示值误差	数字测温仪：测量范围（-50~300）℃，分辨力：0.01℃，MPE：±0.08℃
2	计时器示值误差	电子秒表：分辨力 0.01s，MPE：±0.07s/10min。

6 校准项目和校准方法

6.1 校准项目

测定仪的校准项目见表 2。

6.2 校准方法

6.2.1 校准前准备

6.2.1.1 仪器和设备

数显卡尺：测量范围（0~150）mm，分辨力 0.01 mm，示值最大允许误差 0.02 mm；

上述所有仪器和设备应通过检定或校准符合要求。

6.2.1.2 外观检查

检查测定仪的外壳表面，不应有脱落现象，控制器件和各连接部件应配套齐全、完好，能正常运行。试验杯、盖及其附件应清洗干净，不存在污渍或试验残余物，O 型密封圈完好无破损。

6.2.1.3 试验火焰喷嘴检查

连接气路，调节气流控制旋钮，确认节流阀正常，试验火焰保持 4mm 的球形。

6.2.1.4 功能性核查

选择闪点处于功能性核查温度范围内的有证标准物质（CRM）、二级工作标准（SWS）、或分析纯及以上纯度的闪点参考物质进行测定仪的功能性核查，建议依据日常检测的温度范围选择低、中、高三个温度点进行核查，近似闪点参考物质可参考附录 A。

每个参考物质平行测定 3 次，用式 1 计算修正为标准大气压 101.3kPa 下的闪点 T，

并精确至 0.1℃。

$$T = T_0 + 0.25 (101.3 - P) \quad (1)$$

式中:

T_0 ——环境大气压力下观测到的闪点,℃;

P ——环境大气压力, kPa。

使用分析纯及以上纯度的闪点参考物质核查时,3 次试验结果的平均值与所选闪点参考物质的标称值之间的差值,用式 2 计算,容差参考附录 A。

$$|\bar{T} - \mu| \leq r \quad (2)$$

式中:

$\bar{T}$ ——3 次测定的闪点平均值,℃;

μ ——所选闪点参考物质的标称值,℃。

r ——容差,℃。

6.2.2 温度示值误差

推荐选择 50℃、100℃和 200℃,或其他常用温度对测定仪的温度示值误差进行校准。将数字测温仪的测温探头放置在测定仪测温位置(或将数字测温仪的测温探头放置于仪器试验杯中心紧贴试验杯表面),启动升温程序,待测定仪上升至指定温度并且 60s 内(大于 100℃时 120s 内)温度数值不再波动,可认为其处于热稳定状态,此时记录测定仪温度示值 T_1 和数字测温仪温度示值 T_2 ,测定仪的示值误差:

$$\Delta T = T_1 - T_2 \quad (3)$$

式中:

ΔT ——温度示值误差,℃;

T_1 ——测定仪温度示值,℃;

T_2 ——数字测温仪温度示值,℃。

重复测量 3 次,计算出 3 次测量结果的算术平均值,结果保留到 0.1℃。

6.2.3 计时器示值误差

推荐选择 60 s 和 120 s,或根据仪器实际范围选择 60 s 或 120 s,对测定仪的计时器示值误差进行校准,同时记录测定仪计时器记录的时间示值 t_1 和电子秒表时间示值 t_2 ,测定仪计时器的示值误差:

$$\Delta t = t_1 - t_2 \quad (4)$$

式中:

Δt ——设备计时器的示值误差, s;

t_1 ——测定仪计时器时间示值, s;

t_2 ——电子秒表时间示值, s。

重复测量 3 次, 计算出 3 次测量结果的算术平均值, 结果保留到 0.1 s。

7 校准结果

7.1 校准记录

校准记录应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 B。

7.2 校准证书

经校准的测定仪应出具校准证书, 校准结果应在校准证书上反映。校准证书包括的信息应符合 JJF 1071-2010 中 5.12 的要求, 推荐的校准证书的内页格式见附录 C。

7.3 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 D、附录 E。

8 复校时间间隔

由于复校时间间隔的长短是由测定仪的使用情况、使用者、测定仪本身质量等诸多因素决定的。因此送校单位可根据实际使用情况自主决定复校的时间间隔, 建议复校时间间隔建议不超过 12 个月。

附录 A

功能性核查用参考物质举例表

序号	名称	标称值/℃	容差/℃
1	1,4-二甲苯	27	2.4
2	壬烷	32	2.5
3	癸烷	49	2.9
4	十二烷	81	3.4
5	十四烷	109	3.9
6	十六烷	134	3.0
注：上述所列举的化学品仅为参考示例，亦可采用相应标准中规定的其他物质开展功能性核查。			

附录 B

快速平衡闭杯法闪点测定仪校准记录格式

共 页第 页

基本信息							
委托单位		原始记录号		校准证书号			
仪器名称		规格型号		设备编号			
制造厂商		环境温度	℃	相对湿度		%	
校准前检查							
外观	1. 仪器外壳表面及各部件完好, 能正常运行 是□ 否□						
	2. 试验杯、盖及其附件干净, 0 型密封圈完好 是□ 否□						
燃气喷嘴	喷嘴位置, 火焰大小满足要求 是□ 否□						
功能性核 查	参考物质:						
	实测闪点 T/℃	1#	2#	3#	平均值	是否满足要求	
						是□ 否□	
	参考物质:						
	实测闪点 T/℃	1#	2#	3#	平均值	是否满足要求	
						是□ 否□	
	参考物质:						
	实测闪点 T/℃	1#	2#	3#	平均值	是否满足要求	
						是□ 否□	
	校准结果						
	项目		1	2	3	平均值	扩展不确定度 (k=2)
	温度示值 误差/℃		T_1				/
T_2						/	/
ΔT							
		T_1				/	/
		T_2				/	/
		ΔT					
		T_1				/	/
		T_2				/	/
		ΔT					
计时器示 值误差/s	60	t_1				/	/
		t_2				/	/
		Δt					
	120	t_1				/	/
		t_2				/	/

		Δt				
标准器						
名称	编号	测量范围	溯源单位	证书号	有效期	不确定度或准确度等级或最大允许误差
技术依据						
校准地点				校准日期	年	月 日
备注						

校准员：

核验员：

附录 C

快速平衡闭杯法闪点测定仪校准证书的内页格式

证书编号××××××—××××					
校准机构授权说明					
校准的技术依据 JJF (石化) XXX-2025 《快速平衡闭杯法闪点测定仪校准规范》					
校准环境条件及地点					
地点					
环境温度	℃	相对湿度	%	其他	
校准使用的标准器					
名称	测量范围	不确定度/准确度等级/最大允许误差	溯源单位	证书号	有效期至
校准结果					
序号	项目	技术要求		校准结果	
				测量值	扩展不确定度 (k=2)
1	温度示值误差/℃	≤100	MPE: ±0.5		
		>100~ ≤200	MPE: ±1		
		>200	MPE: ±2		
2	计时器示值误差/s	60	MPE: ±1		
		120			
备注					

附录 D

温度示值误差测量结果不确定度评定示例

D.1 校准方法

校准方法如本规范的 6.2.2。

D.2 测量模型

温度示值误差的测量模型见式 (D.1)：

$$\Delta T = T_1 - T_2 \quad (\text{D.1})$$

式中：

ΔT ——温度示值误差，℃；

T_1 ——测定仪温度示值，℃；

T_2 ——数字测温仪温度示值，℃。

方差和灵敏系数：

由式 (D.1) 得方差传播公式：

$$u^2(\Delta T) = c_1^2 u^2(T_1) + c_2^2 u^2(T_2) \quad (\text{D.2})$$

式中：

$u(\Delta T)$ ——温度示值误差的测量不确定度；

$u(T_1)$ ——测定仪引入的不确定度；

$u(T_2)$ ——数字测温仪引入的不确定度。

因为 $c_1 = \frac{\partial \Delta T}{\partial T_1} = 1$, $c_2 = \frac{\partial \Delta T}{\partial T_2} = -1$,

所以式 (D.2) 简化为：

$$u_c^2(\Delta T) = u_1^2(T_1) + u_2^2(T_2) \quad (\text{D.3})$$

令 $u_c = u(\Delta T)$, $u_1 = u(T_1)$, $u_2 = u(T_2)$,

则式 (D.3) 简化为：

$$u_c^2 = u_1^2 + u_2^2 \quad (\text{D.4})$$

式中：

u_c ——温度示值误差的测量不确定度；

u_1 ——测定仪引入的不确定度分量；

u_2 ——数字测温仪引入的不确定度分量。

D.3 温度示值误差测量结果不确定度的评定

D.3.1 不确定度的来源

快速平衡闭杯法闪点测定仪温度示值误差的不确定度来源主要由测定仪引入的不确定度分量和数字测温仪最大允许误差引入的不确定度分量组成。

D.3.2 测定仪引入的不确定度分量 u_1

D.3.2.1 测量重复性引入的不确定度分量 u_{11}

以 100 °C 对测定仪的温度示值误差进行校准。待测定仪温度达到并处于热稳定状态后，记录数字测温仪温度示值 T_1 ，重复 10 次测量结果见表 D.1。

表 D.1 温度示值测量结果

第 i 次测量	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
测定仪温度示值 $T_1/^\circ\text{C}$	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0
数字测温仪温度示值 $T_2/^\circ\text{C}$	100.1	100.2	100.1	100.1	100.2	100.1	100.1	100.2	100.1	100.1
	2	4	8	6	3	6	5	2	6	9
温度示值误差 $\Delta T_i/^\circ\text{C}$	-0.12	-0.24	-0.18	-0.16	-0.23	-0.16	-0.15	-0.22	-0.16	-0.19

计算示值误差的算术平均值：

$$\overline{\Delta T} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \Delta T_i \approx -0.18 \text{ } ^\circ\text{C} \quad (\text{D.5})$$

采用贝塞尔公式计算单次测量的实验标准偏差 $s(\Delta T_i)$ ：

$$s(\Delta T_i) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\Delta T_i - \overline{\Delta T})^2}{n-1}} \approx 0.04 \text{ } ^\circ\text{C} \quad (\text{D.6})$$

式中：

ΔT_i ——第 i 次测量结果， $^\circ\text{C}$ ；

$\overline{\Delta T}$ ——10 次测量结果的平均值, °C;

n ——测量次数。

实际测量以 3 次测量的平均值作为测量结果, 故不确定度分量为:

$$u_{11} = \frac{s(\Delta T_i)}{\sqrt{3}} \approx 0.02 \text{ } ^\circ\text{C} \quad (\text{D. 7})$$

D. 3. 2. 2 分辨力引入的不确定度分量 u_{12}

测定仪的分辨力为 0.01 °C, 区间半宽度为 0.005 °C, 估计为均匀分布, $k=\sqrt{3}$, 故:

$$u_{12} = \frac{0.005 \text{ } ^\circ\text{C}}{\sqrt{3}} \approx 0.003 \text{ } ^\circ\text{C}$$

(D. 8)

比较测量重复性和分辨力引入的不确定度分量数据, 取大值记作 u_1 , 则测定仪引入的不确定度分量 $u_1 \approx 0.02 \text{ } ^\circ\text{C}$ 。

D. 3. 3 数字测温仪最大允许误差引入的不确定度分量 u_2

数字测温仪给出的最大允许误差为 $\pm 0.08 \text{ } ^\circ\text{C}$, 区间半宽度为 0.08 °C, 估计为均匀分布, $k=\sqrt{3}$, 故:

$$u_2 = \frac{0.08 \text{ } ^\circ\text{C}}{\sqrt{3}} \approx 0.05 \text{ } ^\circ\text{C} \quad (\text{D. 9})$$

D. 3. 4 不确定度分量汇总

不确定度分量汇总见表 D. 2。

表 D. 2 不确定度分量表

不确定度分量	不确定度来源	不确定度分量的值/°C
u_1	测定仪引入的不确定度	0.02
u_2	数字测温仪最大允许误差引入的不确定度	0.05

D. 4 合成标准不确定度

各标准不确定度分量相互独立, 合成标准不确定度为:

$$\begin{aligned}u_c &= \sqrt{u_1^2 + u_2^2} \\&= \sqrt{0.02^2 + 0.05^2} \text{ } ^\circ\text{C} \\&\approx 0.05 \text{ } ^\circ\text{C}\end{aligned}\tag{D.10}$$

D.5 扩展不确定度

扩展不确定度 $U = ku_c$ ，取包含因子 $k=2$ (置信水平 95%)，测量结果的扩展不确定度为：

$$U = ku_c = 2 \times 0.05 \text{ } ^\circ\text{C} = 0.1 \text{ } ^\circ\text{C} \quad (k=2)\tag{D.11}$$

附录 E

计时器示值误差测量结果不确定度评定示例

E.1 校准方法

校准方法如本规范 6.2.3。

E.2 测量模型

计时器示值误差的数学模型见式 (E.1)：

$$\Delta t = t_1 - t_2 \quad (\text{E.1})$$

式中：

Δt ——计时器示值误差, s；

t_1 ——测定仪计时器示值, s；

t_2 ——电子秒表时间示值, s。

方差和灵敏系数：

由式 (E.1) 得方差传播公式：

$$u^2(\Delta t) = c_1^2 u^2(t_1) + c_2^2 u^2(t_2) \quad (\text{E.2})$$

式中：

$u(\Delta t)$ ——计时器示值误差的测量不确定度；

$u(t_1)$ ——测定仪计时器引入的不确定度；

$u(t_2)$ ——电子秒表引入的不确定度。

因为 $c_1 = \frac{\partial \Delta t}{\partial t_1} = 1$, $c_2 = \frac{\partial \Delta t}{\partial t_2} = -1$,

所以式 (E.2) 简化为：

$$u^2(\Delta t) = u^2(t_1) + u^2(t_2) \quad (\text{D.3})$$

令 $u_c = u(\Delta t)$, $u_1 = u(t_1)$, $u_2 = u(t_2)$,

则式 (D.3) 简化为：

$$u_c^2 = u_1^2 + u_2^2 \quad (\text{D.4})$$

式中：

u_c ——计时器示值误差的测量不确定度；

u_1 ——测定仪计时器引入的不确定度分量；

u_2 ——电子秒表引入的不确定度分量。

E.3 测量结果不确定度的评定

E.3.1 不确定度的来源

计时器示值误差的不确定度来源主要由测定仪计时器引入的不确定度分量和电子秒表引入的标准不确定度分量组成。

E.3.2 测定仪计时器引入的不确定度分量 u_1

E.3.2.1 测量重复性引入的不确定度分量 u_{11}

以 60 s 对测定仪的计时器示值误差进行校准，记录电子秒表时间示值 t_1 ，10 次测量结果见表 E.1。

表 E.1 计时器示值测量结果

第 i 次测量	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
测定仪时间 示值 t_1/s	60	60	60	60	60	60	60	60	60	60
电子秒表时 间示值 t_2/s	60.07	60.13	60.02	60.06	59.99	60.04	60.07	60.11	59.98	60.05
计时器示值 误差 $\Delta t/s$	-0.07	-0.13	-0.02	-0.06	0.01	-0.04	-0.07	-0.11	0.02	-0.05

计算示值误差的算术平均值：

$$\overline{\Delta t} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \Delta t_i = -0.05 \text{ s} \quad (\text{E.5})$$

采用贝塞尔公式计算单次测量的实验标准偏差 $s(\Delta t_i)$ ：

$$s(\Delta t_i) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\Delta t_i - \overline{\Delta t})^2}{n-1}} \approx 0.05 \text{ s} \quad (\text{E.6})$$

式中:

Δt_i ——第 i 次测量结果, $^{\circ}\text{C}$;

$\overline{\Delta t}$ ——10 次测量结果的平均值, $^{\circ}\text{C}$;

n ——测量次数。

实际测量以 3 次测量的平均值作为测量结果, 故不确定度分量为:

$$u_{11} = \frac{s(\Delta t_i)}{\sqrt{3}} \approx 0.02 \text{ s} \quad (\text{E. 7})$$

E. 3. 2. 2 计时器分辨力引入的不确定度分量 u_{12}

计时器读数的分辨力为 0.01s, 区间半宽为 0.005s, 估计为均匀分布, $k=\sqrt{3}$, 故:

$$u_{12} = \frac{0.005 \text{ s}}{\sqrt{3}} \approx 0.003 \text{ s} \quad (\text{E. 8})$$

比较测量重复性和计时器分辨力引入的不确定度分量数据, 取大值记作 u_1 , 则测定仪引入的不确定度分量 $u_1 \approx 0.02 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

E. 3. 3 电子秒表引入的不确定度分量 u_2

电子秒表的最大允许误差为 $\pm 0.07 \text{ s}$, 区间半宽度为 0.07 s, 估计为均匀分布, $k=\sqrt{3}$, 故:

$$u_2 = \frac{0.07 \text{ s}}{\sqrt{3}} \approx 0.04 \text{ s} \quad (\text{E. 10})$$

E. 3. 4 不确定度分量汇总

不确定度分量汇总见表 E. 2。

表 E. 2 不确定度分量表

不确定度分量	不确定度来源	不确定度分量的值/s
u_1	测定仪计时器引入的不确定度	0.02
u_2	电子秒表引入的不确定度	0.04

E. 4 合成标准不确定度

各不确定度分量相互独立, 合成标准不确定度为:

$$\begin{aligned}u_c &= \sqrt{u_1^2 + u_2^2} \\&= \sqrt{0.02^2 + 0.04^2} \text{ s} \\&\approx 0.04 \text{ s}\end{aligned}\tag{E.11}$$

E.5 扩展不确定度

扩展不确定度 $U = ku_c$, 取包含因子 $k=2$ (置信水平 95%), 测量结果的扩展不确定度为:

$$U = ku_c = 2 \times 0.04 \text{ s} = 0.08 \text{ s} \approx 0.1 \text{ s} \quad (k=2)\tag{E.12}$$
