



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 21775—2008/ISO 1523:2002

## 闪点的测定 闭杯平衡法

Determination of flash point—Closed cup equilibrium method

(ISO 1523:2002, 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 1523:2002《闪点的测定 闭杯平衡法》(英文版)。

本标准的附录 A 为资料性附录。

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。

本标准负责起草单位:海洋化工研究院。

本标准参加起草单位:江苏出入境检验检疫局、中化化工标准化研究所、上海出入境检验检疫局、中国化工建设总公司常州涂料化工研究院。

本标准主要起草人:钱苏华、钱叶苗、王晓兵、蒋伟、高宇璇、张敏、沈苏江。

本标准是首次发布。

## 闪点的测定 闭杯平衡法

### 1 范围

本标准规定了色漆、清漆、色漆基料、溶剂、石油或相关产品闪点的一种测定方法。  
 本标准不适用于测定水性涂料，水性涂料的测定可采用 ISO 3679 的方法。  
 本标准适用的温度范围根据所采用的仪器不同而不同，从  $-30^{\circ}\text{C}$  到  $110^{\circ}\text{C}$ （见表 1）。  
 含卤代烃的混合溶剂所测得的结果应引起注意，因为这些混合溶剂可能给出不规则的结果。

### 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。

GB/T 3186—2006 色漆、清漆和色漆与清漆用原材料 取样 (ISO 15528:2000, IDT)

GB/T 20777—2006 色漆和清漆 试样的检查和制备 (ISO 1513:1992, IDT)

ISO 2719 石油产品和润滑油 闪点的测定 Pensky-Marens 闭口杯法

ISO 3170 石油液体 手工取样

ISO 3171 石油液体 自动管线采样

ISO 13736 石油产品和其他液体 闪点的测定 Abel 闭口杯法

ASTM D 56 Tag 闭口试验器闪点标准测定法

DIN 51755 Abel-Pensky 闭口杯法测定矿物油和易燃液体的闪点

### 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

#### 3.1

##### 闪点 flash point

在规定的试验条件下，点火源使得试验样品的蒸气发生燃烧并在液体表面蔓延，此时校正到 101.3 kPa 大气压下，试验样品的最低闪火温度即为闪点。

### 4 原理

4.1 试验样品置于合理设计的闭口杯中并安放在加热池里。加热池的温度应慢慢上升，使得加热池中液体的温度和杯中试验样品的温度差异不超过  $2^{\circ}\text{C}$ ，试验样品的升温速度每 1.5 min 不超过  $0.5^{\circ}\text{C}$ 。

4.2 在加热期间，点火的时间间隔至少为 1.5 min。记录闪火时的最低温度。

### 5 化学试剂

5.1 清洗溶剂，清除试验杯和盖子上前次试验样品的残留。

注：溶剂的选择应根据前次试验的材料以及残留物的残留强度来确定。低挥发性芳烃（无苯）溶剂可用来清除油迹，混合溶剂如甲苯-丙酮-甲醇可有效地清除胶状类残留物。

5.2 校准液体，参见附录 A。

### 6 仪器

6.1 试验杯和盖子：闭口杯，配有内置水平指示器和杯盖。

试验杯应与盖子紧密结合,盖子可以滑动,使得点火装置可用,当滑动部分打开,在接近盖子中心的部位设置直径在 3 mm~4 mm 的点燃区。点燃时,引燃装置的顶部应该位于盖子上、下平面之间,以敞开部分的中心沿半径方向扩展。仪器应该经过设计,保证引燃试验的一系列过程:打开滑动盖,放置和移走喷嘴,关闭盖子在 2 s~3 s 内完成。只要能够符合这些要求,机械驱动仪也可以使用。

注:点火装置中的火源可以是任何合适可燃气体。

6.2 试验杯温度计,适合试验杯使用,符合表 1 所列标准规定。

注:只要精度满足要求,并满足表 1 中所列标准规定给出的其他类型的温度测量仪也可用。

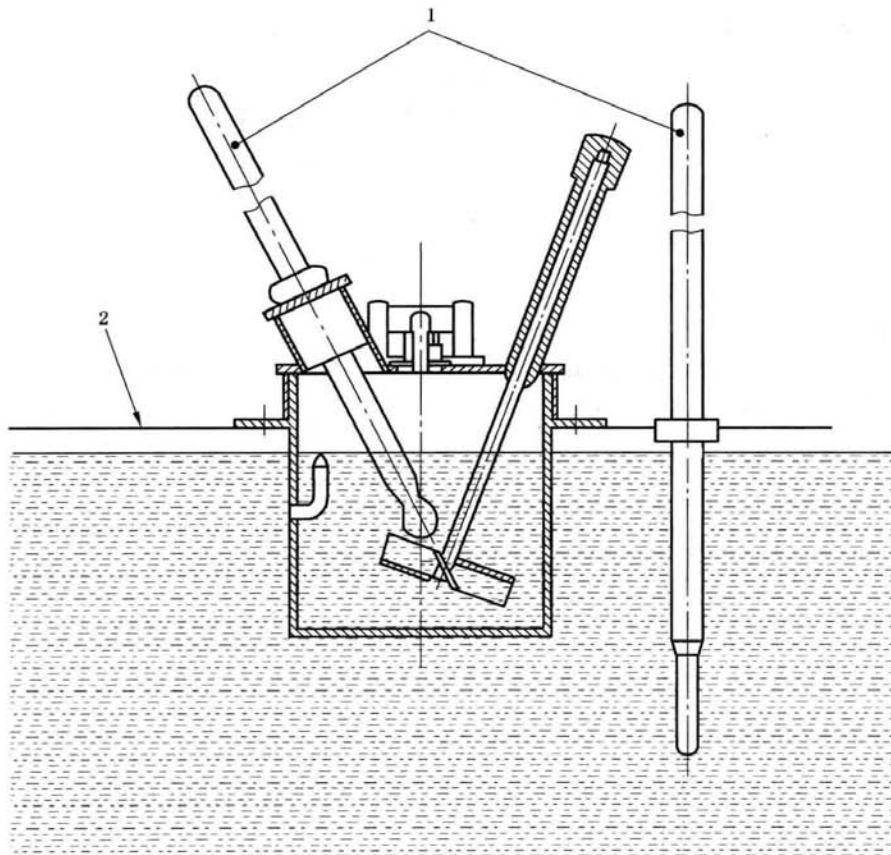
表 1 适用的温度范围

标准检测方法	温度范围/°C
ISO 2719 Pensky-Marens 法	10~110
ISO 13736 Abel 法	-30~80
ASTM D56 Tag 法	93
DIN 51755 Abel-Pensky 法	-30~65

6.3 加热池,盛有合适的液体,其加热升温速率见 10.10,大小以及热容量均能满足 10.10 中的要求。

6.4 加热池温度计,与试验杯温度计(6.2)具有相同的精度,能够满足试验温度的测量。

6.5 支架,设计支架支撑加热/冷却池中的试验杯,使得杯盖及上部边缘呈水平,试验杯浸入与加热/冷却池中的液体直接相接触,试验杯中的试样与加热/冷却池中的液体位于同一水平面。图 1 解释了如何正确使用亚伯特试验杯。



1——温度计;  
2——支撑装置。

图 1 亚伯特试验杯的装置图

- 6.6 气压计,精确到 0.1 kPa。气压计应预先校准到标准大气压,气象站和机场的气压计不能采用。
- 6.7 加热池或烘箱(如果需要),能够满足室温下为半固体和固体的样品预处理的需要,见 9.1.4。
- 6.8 冷却池或制冷设备(如果需要),能够将样品冷却到至少低于检测温度 10℃,见 9.3。

## 7 仪器准备

### 7.1 仪器的安放

将仪器安放在气流通畅的地方,避免强光。

### 7.2 加热池的准备

将加热池(6.3)温度定在低于预测闪点 5℃左右(见 10.1 的最后一段)。

### 7.3 试验杯的准备

仔细清洗、干燥试验杯(6.1)、盖子、温度计(6.2),若可能还有搅拌器。使它们的温度至少低于预测闪点 5℃(见 10.1 的最后一段)。

### 7.4 仪器的校正

7.4.1 通过测试已检定的参考材料(CRM)(A.2.1),每年至少对仪器的正常性能进行一次校正。获得的结果应该与 CRM 检定值相等或小于  $R/\sqrt{2}$ ,其中  $R$  是指试验方法的再现性(见 13.2)。推荐使用次级工作标准(SWSs)(A.2.2)经常对仪器进行校正。

注:仪器的校正推荐使用 CRMs 和 SWSs,SWSs 的制备见附录 A。

7.4.2 校正得到的数据不能用来提供偏离状态,也不能据此来对仪器测得的所有闪点进行更改。

## 8 取样

8.1 除非另有规定,应按 GB/T 3186—2006,ISO 3170,ISO 3171 规定取样。

8.2 将样品置于合适的密闭性好的容器中。为了安全起见,要确保样品的量占容器容量的 85%~95%。

8.3 样品的存放要适宜,尽量降低蒸气的损失和气压的增大。样品的存放温度不能超过 30℃。

## 9 样品处理

### 9.1 石油产品

#### 9.1.1 二次取样

如果原始样品的一部分在试验前需要储存,要确保储存量至少占容器容量的 50%。

注:当样品量少于容器容量的 50%,会对闪点的检测结果产生影响。

#### 9.1.2 含有不溶解的水的样品

若样品中含有不溶解的水,在混合之前应将水除去。水的存在会对闪点的测定结果产生影响。对于一些燃料油和润滑油,往往不可能将水从样品中移去。在这样的情况下,在混合之前水应该采用物理法进行分离,若无法达到,此样品可按照 ISO 3679 的方法进行测定(参考文献[5])。

#### 9.1.3 室温下是液体的样品

在取出待测试样前,通过手摇来使得样品混合均匀,尽量避免可挥发组分的流失,然后按本标准第 10 章的步骤继续进行。

#### 9.1.4 室温下处于半固态或者固态的样品

将样品置于容器中在加热池或者烘箱中加热,温度保持在  $30\text{℃} \pm 5\text{℃}$ ,或者更高一些,但不能超过预测闪点 28℃以下,保持 30 min。若 30 min 后样品仍然无法完全的流动,则根据需要加热 30 min 以上。避免样品过热,这样会导致挥发组分的流失。缓缓搅动后,按本标准第 10 章步骤进行测定。

### 9.2 色漆和清漆

按 GB/T 20777—2006 的规定制备样品。

9.3 低于室温的试验样品

在冷却池或者制冷设备(6.8)中将样品冷却到至少低于初始试验温度 10℃。

10 步骤

10.1 用气压计(6.6)测量并记录试验期间仪器周围的室内大气压。

当测定未知闪点的物质时,应有一个预备试验来测定样品的近似闪点。利用同种类型闪点仪的一种非平衡技术来进行初测。

注:气压计没有必要每次都校零,尽管有些气压计在设计时就设定自动校零。

10.2 将待测样品注入闭口杯(6.1)中,使样品的水平液面刚刚漫过刻度线,或者根据要求的容积添加(见下注)。尽量避免生成泡沫及样品与试验杯刻度线以上部分的接触。如果其中的任何一种情况发生,且较为严重,倒空试验杯,在重新注入新的样品前,按 7.3 的步骤重新准备。

注:Tag 杯,要求检测样品量为 50 mL±0.5 mL。

10.3 样品注入后,快速的将盖子和温度计(6.2)放入样品中。将试验杯支撑放入加热池(6.3)中,以使盖子保持水平。试验杯浸入加热池中,与液体直接接触,样品的平面与加热池中液体平面水平。图 1 解释了如何正确适用亚伯特试验杯。

10.4 点燃引燃装置,使其火焰形状接近球形,直径为 3 mm~4 mm。

10.5 若仪器带有搅拌器,按所用的试验杯检测方法所要求的步骤操作。

10.6 当待测样品的温度与加热池液体的温度相同时,适当地停止搅拌器的使用。打开滑动盖,进行点燃试验,降低、抬高引燃装置,在 2 s 到 3 s 内,再次关闭滑动盖。记录是否有燃烧现象产生。

10.7 若燃烧现象发生,则换用新的样品,按 10.2 至 10.5 的步骤重新操作,但应在低于原先选定温度 5℃ 进行。

10.8 如果待测样品的蒸气混合物与闪点接近,引火装置的使用就会引起光晕的增大;然而,只有当样品产生蓝色火焰,并且自身在液体表面进行蔓延才能认为是达到了闪点。

10.9 若当推开滑动盖,将引火装置放入后,即刻产生明亮的火焰,则认为待测样品的闪点位于测定温度以下。重复试验,将开始温度降低 10℃,或者在开始之前进行一下预测(见 10.1)。

10.10 若没有火焰产生,则提高加热池的加热速率,这样使得加热池温度和待测样品温度的差异不大于 2℃。当待测样品的温度提高 0.5℃(间隔不低于 1.5 min),重复点火试验,若仍没有火焰出现,继续重复试验,直到某一温度下火焰产生(见 10.8)。读取试验杯中温度计的读数,精确到 0.5℃,与已经校正过的温度计进行校正,记录这一数据作为在检测过程中标准大气压下的闪点。

注:保证试验测定过程中压力基本平衡,加热要缓慢进行,因为有些产品的热传导系数非常低,而有些产品的高黏性会阻碍热对流的进行。尽管在点燃过程中无法使用,但在仪器中使用搅拌装置,可以确保产品温度的均匀;点火时间最少相差 1.5 min,用以确保气-液态体系的稳定。由于测定过程中,挥发物可能会流失,因此,任何试验的总过程不要超过 1 h。

11 计算

11.1 若大气压力的读数单位不是千帕(kPa),则一下步骤将其转化为千帕(kPa):

若读数为 hPa,则读数乘以 0.1 转化为 kPa;

若读数为 mbar,则读数乘以 0.1 转化为 kPa;

若读数为 mmHg,则读数乘以 0.133 3 转化为 kPa。

11.2 计算闪点,单位为摄氏度并利用式(1)转换成标准大气压 101.3 kPa 的闪点  $T_c$ ,以摄氏度表示。

$$T_c = T_0 + 0.25 \times (101.3 - p) \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$T_0$ ——试验过程在周围大气压下观测得到的闪点,单位为摄氏度(℃);

$p$ ——试验过程周围的大气压力,单位为千帕(kPa)。

注:本式只有当大气压在 98.0 kPa 到 104.7 kPa 范围内严格有效。

## 12 结果的说明

转换为标准大气压,以摄氏度的形式给出闪点,精确到 0.5℃。

## 13 精密度

### 13.1 重复性, $r$

同一操作者使用相同的仪器,相同的操作环境,相同的样品,以及正确操作下所得到的两次测定结果的差异,超出如下给出数值的几率仅为 1/20。

$$r=2^{\circ}\text{C}$$

### 13.2 再现性, $R$

不同检测机构的不同操作者,在正确操作下检测相同的样品,所得到的两次测定结果的差异,超出如下给出数值的几率仅为 1/20。

$$R=3^{\circ}\text{C}$$

## 14 试验报告

试验报告至少应包括以下内容:

- a) 注明本标准的编号;
- b) 受试产品的类型及完整的信息;
- c) 介绍所用试验杯的标准的参考标准(见表 1);
- d) 试验过程中仪器周围的大气压(见 10.1);
- e) 校准为标准大气压力下的闪点,以摄氏度为单位(见第 12 章);
- f) 无论是否被允许,任何偏离规定检测步骤的说明;
- g) 试验日期。

附 录 A  
(资料性附录)  
仪器的检定

### A.1 概述

A.1.1 本附录介绍了次级工作标准(SWS)的制定步骤,利用 SWS 对仪器的检定以及所用的被鉴定的参考物质(CRM)。

A.1.2 仪器的性能(手动或自动)需要定期进行鉴定,可根据 ISO 指南 34(见参考文献[2])和 ISO 指南 35(见参考文献[3])所指定的 CRM 来进行,或者采用按照 A.2.2 中的步骤制备的内部标准物质/SWS 来进行检定。仪器的性能可根据 ISO 指南 33(见参考文献[1])和 ISO 4259(见参考文献[6])来进行评定。

A.1.3 试验结果的评估,对结果确保至少达到 95%的可信度。

### A.2 检定、检测标准

A.2.1 被鉴定的参考物质(CRM),应含有一个稳定的单一碳氢化合物,或者是其他经过 ISO 指南 34 和 ISO 指南 35 测定过闪点的物质,利用实验室间方法的比对来确定方法鉴定的价值。

A.2.2 次级工作标准(SWS),应含有一个稳定的石油产品,或者一个稳定的单一碳氢化合物,或者是其他经过以下方法测定过闪点的物质:

- a) 利用经 CRM 检定过的仪器至少三次测定有代表性的二次取样样品,对试验结果仔细分析,去除外部因素,计算结果的算术值;
- b) 实验室间进行比对试验,采用至少三个实验室的样品副本。仔细分析实验室间的数据,通过计算得出闪点。
- c) 将次级工作标准储存在容器中,确保 SWS 的完整性,避免阳光直射,温度不超过 10℃。

### A.3 步骤

A.3.1 选择 CRM 或者 SWS,使其闪点落在选用仪器的测量范围内。表 A.1 给出了相近的闪点的数值。推荐采用两种 CRM 或者 SWS,使闪点的范围尽可能宽。另外,重复试验推荐采用 CRM 或 SWS 的等分样品。

表 A.1 烃类及其他化学品闭口杯法测定的近似闪点

物 质	标准闪点/℃
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

表 A.1 (续)

物 质	标准闪点/℃
正己醇	60
十一烷	63
十二烷	84
十四烷	109
1-壬醇	109

A.3.2 对于新仪器和至少工作 1 年以上的仪器,按 7.4 的方法采用 CRM 对其进行检定。

A.3.3 对于期间的检定,按本标准第 10 章的描述,用 SWS(A.2.2)进行检定。

A.3.4 按第 11 章的描述,将结果转换为标准大气压下的值。记录检定结果,精确到 0.1℃,作为永久记录。

**A.4 检测结果评估**

**A.4.1 概述**

将校正的试验结果与已经经过 CRM 或者 SWS 检定的结果进行比较。

在 A.4.1.1 和 A.4.1.2 给出的方程式中,假定其可再现性已经按 ISO 4259 评估过,并且 CRM 的检定值或 SWS 的给定值均已按照 ISO 指南 35 规定的程序获得。同时也假定不确定度与测定方法的标准偏差相比很小,与重现性试验  $R$  相比很小。

**A.4.1.1 单次试验**

基于 CRM 或 SWS 的单次试验而言,单一结果与 CRM 的检定值或 SWS 的给定值的差异,应满足式(A.1)的容许量:

$$|\chi - \mu| \leq \frac{R}{\sqrt{2}} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

- $\chi$ ——检测的结果;
- $\mu$ ——CRM 的检定值或 SWS 的给定值;
- $R$ ——检测方法的重现性。

**A.4.1.2 多次试验**

如果采用 CRM 或 SWS,进行  $n$  次重复试验,则  $n$  次试验结果与 CRM 的检定值或 SWS 的给定值的差异,应满足式(A.2)的容许量:

$$|\bar{\chi} - \mu| \leq \frac{R_1}{\sqrt{2}} \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

- $\bar{\chi}$ ——测定结果的平均值;
- $\mu$ ——CRM 的检定值或 SWS 的给定值;
- $R_1$ ——等于  $\sqrt{R^2 - r^2 [1 - (1/n)]}$ ;
- $R$ ——检测方法的重现性;
- $r$ ——检测方法的重复性;
- $n$ ——CRM 或 SWS 重复试验的次数。

A.4.2 若结果在允许的范围,记录检测结果。

A. 4.3 若结果超出了允许的范围,若一开始是采用 SWS 进行检定的,则采用 CRM 重新进行检定。此时如果在允许范围内,则记录结果,去除 SWS 结果。

A. 4.4 若结果仍然超出允许范围,严格按照仪器的说明书要求来检查仪器。若没有明显的不适,则进一步采用不同的 CRM 检查。若结果在允许范围内,记录结果。若仍然不能满足范围,则将仪器送交工厂进行全面检修。

参 考 文 献

- [1] ISO 指南 33:2000 检定参考物质的使用.
  - [2] ISO 指南 34:2000 参考物质生产厂能力总体要求.
  - [3] ISO 指南 35:1989 参考物质证明——总体和统计原则.
  - [4] ISO 1516:2002 闪燃/不闪燃的测定——闭口杯平衡法.
  - [5] ISO 3679 闪点的测定——快速平衡闭口杯法.
  - [6] ISO 4259:1992 石油产品 相关试验方法中精确数据的测定和应用.
-