



中华人民共和国国家标准

GB/T 21792—2008/ISO 1516:2002

闪燃和非闪燃测定 闭杯平衡法

Determination of flash/no flash—Closed cup equilibrium method

(ISO 1516:2002, 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 1516:2002《闪燃和非闪燃测定 闭杯平衡法》(英文版)。

本标准附录 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:中华人民共和国上海出入境检验检疫局。

本标准参加起草单位:中华人民共和国深圳出入境检验检疫局、中华人民共和国湖北出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:蒋伟、陈相、刘丽、王海婷、朱洪坤、刘志红、崔海容、郭坚、周韵、蔡晓峰。

本标准为首次发布。

引 言

本标准描述了两种闭杯平衡法中的一种,这种方法用于进行闪燃和非闪燃的测试。测试对象是:色漆、清漆、石油及其相关产品。当需要在这两种闭杯平衡法中选择一种方法进行测试时,需要结合另一种平衡法,参阅 GB/T 21790《闪燃和非闪燃测定 快速平衡闭杯法》(参考文献[2])。

本标准所使用的用于测定闪燃和非闪燃的仪器与 GB/T 21775《闪点的测定 闭杯平衡法》中所描述的一致。

本测试方法并没有在测试条件下去测定产品的闪点,仅是测定了在选定的平衡温度下,产品要求满足储存、运输和易燃产品使用的相关法律或法规的状态要求。因此,为了满足这一目的,测定产品的准确闪点是没有必要的,但是有必要测定产品在一个给定温度下是否会发生闪燃。根据测试程序的规定,通过产品及容器内被测液体上方的空气和蒸气混合物处于温度平衡的状态下进行试验,从而确保参照各种标准所设计的测试仪器之间的差别最小化。

闪燃和非闪燃测定 闭杯平衡法

1 范围

本标准规定了一种方法,当维持在一个选定的平衡温度并且处于测试条件之下时,其用于测定色漆、清漆、色漆基料、溶剂、石油及其相关产品是否能挥发出足够多的易燃蒸气,通过应用外部点火源以标准方式操作时,能引起点火。

本标准不适用于水性涂料,然而这类产品可使用 GB/T 21790《闪燃和非闪燃测定 快速平衡闭杯法》来测试(参考文献[2])。

本标准适用的温度范围为 -30°C ~ 110°C ,根据所采用的仪器不同,温度范围在表1中已经列出。

用本方法测试含有卤代烃溶剂的混合物时,可能会给出异常的结果,对其结果的阐述应慎重。

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)

GB/T 21775 闪点的测定 闭杯平衡法(ISO 1523:2002,IDT)

GB/T 21929 泰格闭口杯闪点测定法(ASTM D56:2005,IDT)

ISO 2719:2002 闪点的测定 宾斯基-马丁斯(Pensky-Martens)闭口杯法

ISO 3170:1988 石油液体 手工取样法

ISO 3171:1988 石油液体 自动管线采样

ISO 13736:1997 石油产品和其他液体 闪点的测定 阿贝尔闭口杯法

DIN 51755:1974 矿物油及其他可燃液体的测试,在闭式试验器中用阿贝尔-宾斯基(Abel-Pensky)法测定闪点

3 术语和定义

下列术语和定义适用本标准。

3.1

闪点 flash point

在规定的试验条件下,点火源使试验样品的蒸气发生燃烧并在液体的表面蔓延时,所得试样的最低温度即为闪点(校正到101.3 kPa气压下)。

4 原理

试验样品装在一个设计得与仪器相配的闭式杯子里,并把杯子安置在恒温控制浴中。使样品维持在设定的平衡温度条件下至少10 min,通过把小火焰直接放入试验杯中进行点火试验。观察试验样品上方的蒸气是否被点燃,记录结果。

5 化学药品和材料

5.1 清洗溶剂

清除试验杯和杯盖中前次试验样品的残留。

注：溶剂的选择取决于之前测试的物质和残留的粘附性。低挥发的芳香性溶剂（无苯的）可以用于清除油的残留，同时混合的溶剂，例如甲苯-丙酮-甲醇可以有有效的清除胶状沉淀物。

5.2 校准液体

见 GB/T 21775。

6 仪器

6.1 试验杯和杯盖

试验杯应该配有一个可以紧密结合的杯盖和一个内部水平指示器，试验杯盖上装有可开关的滑板点火装置。当滑板打开时，能在杯盖开口大约中心的位置点燃一个直径为 3 mm ~ 4 mm 的火焰。火焰伸入时，点火装置的顶部应该在杯盖的上下表面的平面之间，以点火点为中心，半径穿过开口的中心。这个仪器的设计应该能使打开滑板，伸入和移出火焰喷嘴，关闭滑板的整个操作的时间控制在 2 s ~ 3 s 之间。如果能符合如上规范，则允许使用机械驱动装置来执行这一操作。

注：点火装置的火源可以是任何适合的易燃气体。

6.2 试验杯温度计

作为和试验杯配套使用的规定标准温度计适用的温度范围列在表 1 中。

注：只要精度符合要求，并满足表 1 中所列标准规定的其他类型的温度测量仪也可使用。

6.3 控温浴

含有适合的液体，控温并且能够调节至要求温度的 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 。

表 1 适用的温度范围

单位为摄氏度

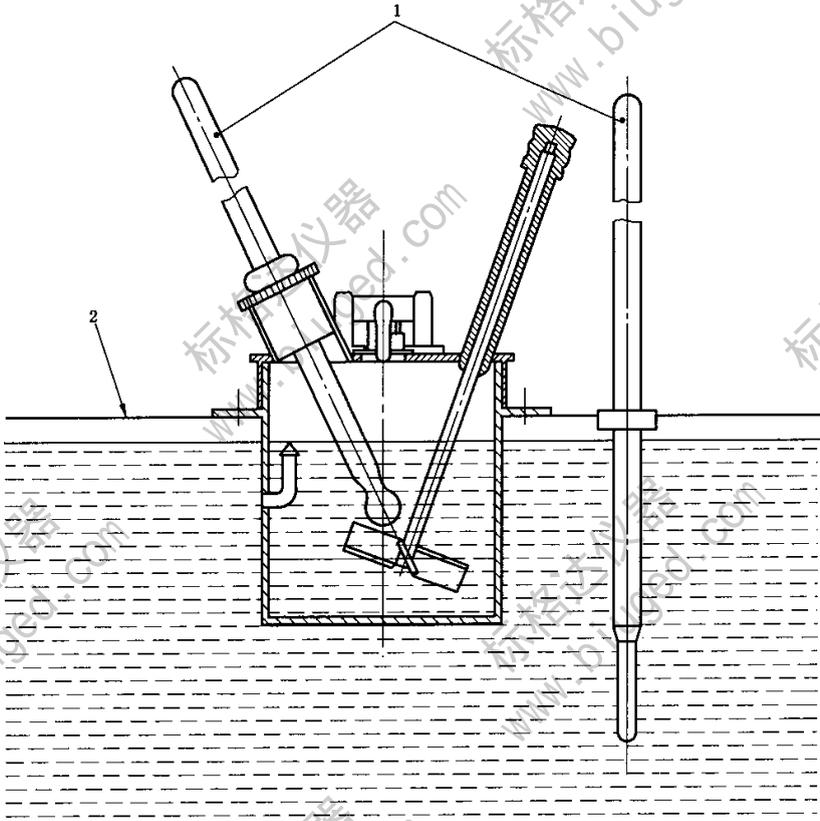
标准试验方法	温度范围
ISO 2719 宾斯基-马丁斯	10~110
ISO 13736 阿贝尔	-30~80
GB/T 21929 泰格	≤ 93
DIN 51755 阿贝尔-宾斯基	-30~65

6.4 控温浴温度计

能够测量试验温度，其精确度和试验杯温度计一致（见 6.2）。

6.5 支架

支架的设计能使试验杯浸没在控温浴中，并与控温浴中的液体直接接触，在这个位置，试验杯中样品的水平面应该和控温浴中液体的水平面相平，并且试验杯盖和上部边缘是水平的。图 1 解释了如何正确使用阿贝尔试验杯的方法。



1——温度计；

2——支架。

注：加热浴的搅拌没有在图中显示。

图 1 阿贝尔闭杯在加热浴中的正确位置，配有合适的搅拌

6.6 气压计

精确到 0.1 kPa。应将气压计预先校准至标准大气压，气象站和机场的气压计不能使用。

6.7 加热浴或者加热炉(如果需要)

能够符合样品预处理的需要，在室温下这些样品为半固体或者固体(见 9.1.4)。

6.8 冷却浴或者冷却部件(如果需要)

能够将样品冷却至少低于测试温度 10℃(见 9.3)。

7 仪器准备

7.1 仪器的放置

仪器应放置在避风和柔光处。

7.2 控温浴的准备

将控温浴(见 6.3)的温度维持在选定的平衡试验温度 $\pm 0.5^\circ\text{C}$ (见 10.3)。

7.3 闪点仪器的准备

仔细清洁和干燥试验杯(见 6.1)、杯盖以及温度计(见 6.2)，使它们的温度至少比选定的平衡试验温度低 2℃(见 10.3)。

7.4 仪器的校准

仪器至少每年用有证标准物质(CRM)(见 5.2)校正一次。仪器的校正步骤已经在 GB/T 21775 中给出。

建议可经常用标准样品(SWS)对仪器进行校准。

8 取样

8.1 除非另有规定,应根据 GB/T 3186—2006、ISO 3170、ISO 3171 取样。

8.2 在适合盛装液体的高度密闭的容器中加入适量的样品,安全起见,保证装样量占容器容积的 85%~95%。

8.3 样品的储存条件要适宜,尽量降低样品蒸气的损失和气压的增大。样品的存放温度应小于 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测试前需储存,保证容器中样品的容积至少为 50%。

注:如果容器中的样品容积小于 50%,则闪点测定的结果将会受到影响。

9.1.2 含有不溶解的水的样品

如果样品中含有不溶解的水,在混合前应将水除去。闪点的结果可能会由于水的存在而受影响。对于某些燃料油和润滑剂,经常可能无法将样品从游离水中轻轻倒出。在这种情况下,在混合前应该用物理方法把水和样品分开,如果不可能进行分离,那么物质应该采用 ISO 3679:2004 方法来测试(参考文献[1])。

9.1.3 在室温下为液体的样品

在取出测试部分前先轻轻地用手摇动混合样品,小心操作减少挥发组分的损失,然后按照第 10 章和第 11 章的步骤继续实验。

9.1.4 在室温下是半固体或者固体的样品

将样品存放在容器中置于加热浴或者炉子(见 6.7)内加热,控制加热浴或者炉子的温度为 30℃±5℃,或者一个更高的温度,但最高不要超过比预期闪点低 28℃,持续 30 min。如果在 30 min 后样品仍然没有完全液化,那么根据需要再加热 30 min。避免样品过热,因为这样可能导致样品易挥发组分的损失。轻轻搅动后,根据第 10 章和第 11 章的步骤继续实验。

9.2 色漆和清漆

按照 GB/T 20777—2006 来制备样品。

9.3 在低于室温下的试验样品

在冷却浴或者冷却部件(见 6.8)中冷却样品,至少将样品冷却至低于初始测试温度 10℃以下。

10 试验温度

10.1 大气压

用气压计(见 6.6)测量并测试并记录环境的气压。

注:虽然有些气压计会被设计成自动进行校正,但不需要将气压校正到 0℃时的气压。

10.2 大气压读数的转化

如果压力计的读数单位不是千帕(kPa),那么可以用以下任何一种方式来进行换算:

——读数为百帕(hPa),则乘上 0.1 换算成千帕(kPa);

——若读数为毫巴(mbar),则乘上 0.1 换算成千帕(kPa);

——若读数为毫米汞柱(mmHg),则乘上 0.1333 换算成千帕(kPa)。

10.3 计算试验温度并校正至标准大气压

如果有必要,将气压修正至标准大气压 101.3 kPa,再校正试验温度,计算试验温度 T_T 使用以下公式:

$$T_T = T_S - 0.25 \times (101.3 - p)$$

式中:

T_S ——选定的试验温度,单位为摄氏度($^{\circ}\text{C}$);

P ——环境压力,单位为千帕(kPa)。

注:这一公式仅在气压范围为 98.0 kPa 至 104.7 kPa 之间是准确的。

11 步骤

11.1 将待测样品注入试验杯(见 6.1)中,直到内部的试样刻度线被液体表面淹没,或者注入要求的样品量(见注)。避免泡沫的生成,以及避免待测样品和试样刻度线以上的试验杯壁接触。如果上述两者中的任意一种情况发生且较为严重,则倒空试验杯,并且在重新注入新的样品之前,根据 7.3 重新准备试验杯。

注:对于泰格闭杯试验器,要求样品用量为 $50 \text{ mL} \pm 0.5 \text{ mL}$ 。

11.2 在将样品注入试验杯之后,立即盖上杯盖,并将温度计(见 6.2)放在适当的位置。将试验杯放在支架上,浸没在液浴(见 6.3)中,这时杯盖的位置是水平的,并且试验杯浸没在液浴的液体中,与之直接接触,而且试验样品平面与液浴中液体的平面保持水平。图 1 解释了如何正确使用阿贝尔试验杯的方法。

11.3 点燃点火装置,调节火焰为球形,直径 $3 \text{ mm} \sim 4 \text{ mm}$ 。

11.4 如果仪器配有搅拌器,按照与试验杯匹配的测试步骤进行操作。

11.5 使待测样品的温度升高至选定的平衡试验温度(见 10.3)的 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$,并持续 10 min。

11.6 适当地停止搅拌样品。在 $2 \text{ s} \sim 3 \text{ s}$ 的时间内打开滑板,降下或升起点火装置,关上滑板,进行点火试验。记录是否有闪燃出现。

11.7 如果没有观察到闪燃,那么试验样品在测试温度下再保持 10 min,并且重复试验。如果第二次测验结果有闪燃,产品将被认为在选定的平衡试验温度有闪燃。如果在第二次测试期间没有观察到闪燃,记录没有闪燃发生。

11.8 如果在试验时,试样混合蒸气接近闪点时,点火火焰的使用可能会产生光环,但只有出现相对大的蓝色火焰,并且在整个液体表面蔓延时,产品才能被认为已经闪燃。如果有疑问,应用新的试验样品来重复试验,如果第二次试验还是无法解决疑问,则样品应被认为有闪燃现象。

11.9 当滑板滑开,并且点火火焰被引入时,如果持续的发光火焰在孔中燃烧,那么闪点低于选定的平衡温度。

12 结果的表示

压力校正至标准大气压下,记录在选定试验温度的试验样品是否闪燃。

13 精密度

本方法没有可用的精密度数据;但是在选定的试验温度下的重复性和再现性的结果可以从 GB/T 21775 获得,参见附录 A。

14 试验报告

试验报告应该包括以下信息:

a) 注明本标准的编号;

- b) 测试样品的类型和完整的信息；
- c) 描述使用的试验杯标准(见表 1)；
- d) 试验时仪器周围的大气压(见 10.1)；
- e) 试验温度(见第 10 章)；
- f) 在试验温度下,试验样品是否闪燃；
- g) 经商定或其他方式确定的任何与所规定的试验程序的偏离；
- h) 试验日期。

附录 A
(资料性附录)

GB/T 21775《闪点的测定 闭杯平衡法》的精密度数据

A.1 重复性 r

由相同的操作者,使用相同的仪器,在连续的操作条件下,对同一个测试物质,通过一般试验方法和修正过的试验方法的操作,进行两次不同的测试,20次测试中只会有一次超过下列数值(超出如下数值的几率仅为1/20):

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

A.2 再现性 R

不同检测机构的不同操作者,在不同的实验室里对相同的样品进行测试,正确操作下所得到的两次结果的差异,20次测试中只会有一次超过下列数值(超出如下数值的几率仅为1/20):

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

参 考 文 献

- [1] ISO 3679:2004, 闪点的测定 快速平衡闭杯法
[2] GB/T 21790 闪燃和非闪燃测定 快速平衡闭杯法
-