



中华人民共和国国家标准

GB/T 21790—2008/ISO 3680:2004

闪燃和非闪燃测定 快速平衡闭杯法

Determination of flash/no flash—Rapid equilibrium closed cup method

(ISO 3680:2004, 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 3680:2004《闪燃和非闪燃测定 快速平衡闭杯法》(英文版)。

本标准的附录 A 和附录 B 为规范性附录,附录 C 和附录 D 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:中华人民共和国湖北出入境检验检疫局、中华人民共和国深圳出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:蒋伟、陈相、王海婷、朱洪坤、崔海容、郭坚、刘志红、吴景武、周韵、赵颀晴。

本标准首次发布。

引 言

本标准描述了两种闭杯平衡法中的一种,用于测定色漆、清漆、色漆基料、溶剂、胶黏剂、石油及其相关产品的闪燃和非闪燃性能。当选择一种闭杯平衡方法进行测试时,需要结合另一种方法,参阅 GB/T 21792《闪燃和非闪燃测定 闭杯平衡法》(见参考文献[4])。当连接闪点检测器时(见 A.1.6),本标准也适合脂肪酸甲基酯(FAME)的闪燃和非闪燃测定。

在本标准和 GB/T 21792 中,测试仅是在测试产品及测试容器内产品上方的空气和蒸气混合物处于温度平衡的状态下才能执行。

本测试方法并不测定产品的闪点,仅是在选定的平衡温度下使产品满足储存、运输和易燃产品使用的相关法律或法规的要求。因此,基于此点,没有必要确定产品的准确闪点,但是有必要确定产品在给定温度下是否闪火。

与 GB/T 21792 中的要求相比,本标准所叙述的仪器能够更快速、更少量的(试样量为 2 mL 或 4 mL)得到相似的试验结果。此外,除运用在常规的实验室,该仪器可以制造成便携式,以利于现场实地测试。

协作工作(见参考文献[6])表明使用此程序所获得的结果具有可比性。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(见参考文献[7])。

闪点值不是测试物质的一个物理化学性质常数。它们与仪器的设计、仪器使用的条件以及操作程序的执行密切相关。因此,闪点仅能根据一个标准测试方法来定义,并且通过使用和本标准中详述的不同的测试方法或者不同的仪器所获得的结果,它们之间没有普遍有效的相关性。

闪燃和非闪燃测定 快速平衡闭杯法

1 范围

本标准规定了在标准的测试条件下,色漆(包括水性涂料)、清漆、色漆基料、胶黏剂、石油及其相关产品,在 $-30^{\circ}\text{C}\sim 300^{\circ}\text{C}$ 的温度范围内所挥发出的易燃蒸气被测试火焰点燃的能力的一种方法。与闪点检测器(见 A.1.6)一起使用时,本标准也适合脂肪酸甲基酯(FAME)的闪燃和非闪燃测试。

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 3170:2004 石油液体 手工取样法

ISO 3171:1988 石油液体 自动管线采样

ISO 3679:2004 闪点的测定 快速平衡闭杯法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

闪燃和非闪燃试验 flash/no flash test

在规定的温度条件下应用测试火焰,修正到大气压为 101.3 kPa,测定试验样品蒸气是否可以即刻点燃,火焰能否通过液体表面蔓延。

4 原理

在试验温度的条件下,将确定体积的试验样品引入试样杯中,在规定的时间内,应用测试火焰,观察是否出现闪燃。

5 试剂和材料

5.1 清洗溶剂

一种用于清洗样品杯和杯盖上残留的前次试验残留物适宜的溶剂。

注:溶剂的选择基于先前测试材料的性质和残余物的黏附能力。低挥发的芳香性溶剂(无苯的)适用于清除油残留物,而甲苯-丙酮-甲醇的混合溶剂用于去除胶状沉积物。

5.2 校准液体

一系列有证标准物质(CRM)和/或标准样品(SWS),参见附录 C。

6 仪器

6.1 概述

附录 A 中对仪器进行了描述,包括对试验杯和杯盖系统的叙述,以及它们的直径和特殊要求。上述内容包括在图 A.1 至图 A.5 中。在 $-30^{\circ}\text{C}\sim 300^{\circ}\text{C}$ 温度范围内的闪燃和非闪燃试验需要一台以上的仪器。

6.2 注射器

6.2.1 2 mL 注射器

移取 $2.00\text{ mL} \pm 0.05\text{ mL}$ 样品,如果需要,使用合适的探针作为测定不大于 100°C 温度的装置。测试 FAME 的时候,每个测试温度的样品量均为 2 mL 。

6.2.2 5 mL 注射器

移取 $4.00\text{ mL} \pm 0.10\text{ mL}$ 样品,如果需要,使用合适的探针作为测定大于 100°C 温度的装置。测试 FAME 的时候,不需要使用 5 mL 注射器。

6.3 气压计

精确至 0.1 kPa 。气压计应预先校准至标准大气压,气象站和机场的气压计不能使用。

6.4 加热浴或加热炉(可选择)

如果需要加热样品,温度应该控制在 $\pm 5^{\circ}\text{C}$ 范围内。如果使用加热炉,需要考虑碳氢化合物蒸气带来的安全隐患。

推荐使用有爆炸保护设计的加热炉。

6.5 冷却浴或制冷器(可选择)

如果需要冷却样品,温度应该控制在低于选择的试验温度 10°C 以下,并且温度的控制应该在 $\pm 5^{\circ}\text{C}$ 的范围内。如果使用冷却器,应该有爆炸保护装置。

6.6 通风罩(可选择)

如果需要使通风设施最小化,可以考虑在仪器的背面和两侧进行安装。

注:选用高 350 mm 、宽 480 mm 、深 240 mm 的合适的通风罩。

6.7 试验杯内衬垫(可选择)

参见附录 D。

注:对于难以清除的样品,需要使用薄型的金属杯内衬垫。

7 仪器准备

7.1 概述

根据闪燃和非闪燃温度的要求选择适宜的仪器。如果需要根据特殊的温度条款和定义进行闪燃和非闪燃测试,需要在试验(见 11.2)前根据大气压调节温度。按照仪器制造商对仪器的说明正确使用、操作仪器。附录 D 叙述了使用样品杯插入物(见 6.7)来测试黏性材料的方法。

7.2 仪器的位置

将仪器(见附录 A)放置在水平、稳定的平面上,并保证处在避风的位置。

在不能实现避风放置时,推荐使用通风罩(见 6.6)。

注:如果试验物质能够产生有毒的蒸气,仪器需要放置在可以独立控制空气流动的通风柜中,以便在不引起样品杯周围的空气流动的前提下,使得蒸气能够顺利扩散。

7.3 试验杯及配件的清洁

使用合适的溶剂(见 5.1)清除前次试验留下的试验杯,杯盖及其配件中的树胶或残渣。根据仪器供应商的要求维护、操作仪器。

注 1:清洁的空气气流用于去除最后所使用的溶剂。

注 2:填充口便于管状清洁剂进行清洁。

7.4 仪器校准

7.4.1 需要根据 ISO 3679:2004,使用有证标准物质(CRM)(见 5.2)对正常使用的仪器进行每年至少一次的校准工作。得到的测试结果与 CRM 值之差的绝对值应该等于或者小于 $R/\sqrt{2}$,此处, R 代表方法的再现性(见 13.3)。

推荐使用标准样品(SWS)(见 5.2)对仪器进行频繁校准核对。

注:附录 C 给出了使用 CRM 和 SWS 进行仪器校正的推荐步骤和 SWS 的产生过程。

7.4.2 校准后得到的数值不应该作为方法偏差,也不能用于该仪器进行任何有关闪点的校正。

如果仪器没有通过校准测试,推荐操作人员进行如下检查:

- a) 与试验杯有蒸气密封作用的杯盖;
- b) 提供点火的快门装置;
- c) 球形温度计周围的大量的热传导糊状物质和温度计圆桶的浸没部分。

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,出于安全方面的考虑,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 石油产品和脂肪酸甲基酯

9.1.1 二次取样

在移取试样前,在冷却浴或冷却器(见 6.5)中进行冷却,或者调节样品和容器的温度在第一次选择的试验温度 10℃ 以下。如果在测试前能够保证对原始样品进行储存,保证容器中样品的体积至少为 85%。轻轻混合样品,使之均匀,在点火终点时,可使挥发性组分的损失降至最小。

注:如果容器中的样品容积小于 85%,则闪燃和非闪燃试验的结果将会受到影响。

9.1.2 在室温下为液态的样品

如果样品具有充分的流动性,在移取试样前,先轻轻地用手摇动混合样品,小心操作减少挥发性组分的损失。如果室温下样品太黏稠,则使用加热浴或加热炉(见 6.4)加热试样,控制温度在测试温度 10℃ 以下,此时可以轻轻振动使试样混匀。

9.1.3 固体或半固态的样品

如果测试时的样品因为不能有效流动未能通过样品孔进入样品杯,可以根据 9.1.2 的方法加热,将杯盖打开,用合适的工具(分散器或抹刀)将其转移至试样杯中。

9.2 色漆、清漆及相关产品

根据 GB/T 20777—2006 描述的操作步骤准备样品。

10 步骤

10.1 概述

10.1.1 使用式(1)确定测试温度。根据仪器制造商对仪器的说明设置要求的测试温度。

10.1.2 当测试脂肪酸甲基酯(FAME)的时候,应该使用闪点检测器(见 A.1.6)。

10.1.3 待测样品使用试验火焰不要超过一次。每次试验需使用新的样品。每次试验后,关闭指示器和气体控制阀的试验火焰,当试验杯的温度降至安全水平后,移出测试部分,清洁仪器设备。

10.1.4 不要将有些时候围绕在测试火焰周围的引发点火的蓝色光环与真正的闪火混淆。

注 1: 可选择的闪点检测器(见 A.1.6)并不受光环的影响,不要求操作者在观察闪点实验时将其关闭。

注 2: 如果在滑板打开引入测试火焰时,孔中出现连续的明亮的火焰,说明闪点小于测试温度。在这种情况下,可以运用 ISO 3679 测定实际的闪点。

10.1.5 使用气压计(见 6.3)记录试验时仪器附近的大气压。

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 不大于 100℃ 的闪燃和非闪燃测试步骤和所有温度下 FAME 的测试步骤

10.2.1 使用清洁、干燥的取样器(见 6.2.1),调节温度至少低于预期闪点 10℃,取样 2 mL。移取溶液

后立刻关闭样品容器以使挥发性组分的损失最小。

10.2.2 仔细将取样器转移至样品填充口,压下取样器活塞使将测试部分填充至样品杯中,移走取样器。

10.2.3 对于固态或半固态的样品,转移约等于 2 mL 的样品至样品杯中,并将其尽可能的分布在杯底部分。

10.2.4 打开 1 min 计时装置(见 A.1.3),开启气体控制阀门,点燃试验火焰,控制试验火焰的直径为 4 mm。如果需要,重启闪点检测器(见 A.1.6)。

10.2.5 当可以听得见的时间信号响起时,在 2 s~3 s 的时间内,均匀地打开、关闭滑板。转移测试火焰,检测闪点(见 10.1.4 和 10.1.4 的注 2),并记录结果。

10.3 大于 100℃ 以上的闪燃和非闪燃测试步骤[测试 FAME 时例外(见 10.2)]

10.3.1 使用清洁、干燥的取样器(见 6.2.2),取样 4 mL。移取溶液后立刻关闭样品容器以使挥发性组分的损失最小。

10.3.2 仔细将取样器转移至样品填充口,压下取样器活塞使将测试部分填充至样品杯中,移走取样器。

10.3.3 对于固态或半固态的样品,转移约等于 4 mL 的样品至样品杯中,并将其尽可能的分布在杯底部分。

10.3.4 打开 2 min 计时装置(见 A.1.3),开启气体控制阀门,点燃测试火焰,调节阀门保证测试火焰的直径为 4 mm。如果需要,重启闪点检测器(见 A.1.6)。

10.3.5 当可以听得见的时间信号响起时,在 2 s~3 s 的时间内,均匀地打开、关闭滑板,转移测试火焰,检测闪点(见 10.1.4 和 10.1.4 的注 2)并记录结果。

11 计算

11.1 大气压读数的转化

如果大气压的单位不是千帕(kPa),根据下述的方式之一将其换算成千帕(kPa):

——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 0.133 3 换算成千帕(kPa)。

11.2 规定温度的转化

如果闪燃和非闪燃试验通过标准或定义的设定进行,测定前,在环境的大气压力下校准试验温度至规定温度的 $\pm 0.5^\circ\text{C}$ 范围内。通过式(1),确定要求的测试温度(T_T):

$$T_T = T_s - 0.25(101.3 - p) \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

T_s ——以摄氏度表示的规定温度;

p ——以千帕表示的环境大气压。

注:上述公式在大气压在 98.0 kPa 至 104.7 kPa 的范围内是准确的。

12 结果的表示

报告如 11.2 中所规定的闪燃和非闪燃温度 T_s ,或者通过校正至标准压 101.3 kPa 的闪燃和非闪燃温度 T_T (在 $\pm 0.5^\circ\text{C}$ 范围内),是否有闪燃和非闪燃现象。

报告仪器所处的环境大气压(见 10.1.5)。

报告是否在孔中出现连续的明亮的火焰。

13 精密度

13.1 概述

本方法不要求提供精密度的数据。但是,当选定本方法其中的一个测试温度时,有关步骤的精密度程度需要用于评估结果的可靠性。使用相同仪器确定实际闪点的类似方法在 ISO 3679:2004 中对精密度加以描述。根据统计试验和实验室之间的结果获得的 ISO 3679:2004 中的精密度,在 13.2,13.3 和表 1 中给出。

13.2 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试结果的差异,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),见表 1。

13.3 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),见表 1。

表 1 精密度值

范 围	重复性/℃	再现性/℃
石油及其相关产品 20℃~70℃ 70℃以上	0.5 0.022 $X^{0.9}$	0.03($X+29$) 0.083 $X^{0.9}$
色漆,瓷漆,喷漆和清漆 5.8 mm ² /s,37.8℃及以下 大于 5.8 mm ² /s,37.8℃	1.7 3.3	3.3 5.0
脂肪酸甲基酯(FAME)	1.9	15.0
注 1: X 是指对比结果的平均值。 注 2: 以下数据是根据表 1 中石油及其相关产品计算的精密度数值。		
温度/℃	重复性/℃	再现性/℃
20	0.5	1.4
70	0.5	2.9
93	1.3	4.9
150	2.0	7.5
200	2.6	9.9
260	3.3	12.4

14 试验报告

试验报告需要包括如下信息:

- a) 注明本标准的编号;
- b) 测试样品的类型和完整的信息;
- c) 测试结果(见第 12 章);
- d) 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;
- e) 试验日期。

附录 A
(规范性附录)
闪点测试仪器

A.1 仪器**A.1.1 试验杯组件****A.1.1.1 概述**

图 A.1 至图 A.5 对试验杯组件的设计予以介绍。

A.1.1.2 金属块

用具有相似导热性的铝合金或非腐蚀的金属制成,圆柱形的(试验杯),边缘部分有一小孔用于容纳温度传感器(见 A.1.4)。同时,温度传感器(球形温度计)需要在周围围绕合适的导热性的热塑化合物(见下述注解)。

注:硅树脂热感化合物是合适的。

A.1.1.3 杯盖

安装有可以打开的滑板和在一个在滑板打开时,允许在试验杯中插入直径 $4\text{ mm} \pm 0.5\text{ mm}$ 的测试火焰的装置。插入测试火焰的时候,火焰喷嘴需要处于杯盖下方 $\pm 0.1\text{ mm}$ 的平面内。杯盖需要配有一个小孔伸入试验杯中,用于注射样品并提供合适的夹具使得试验杯盖紧贴金属块。杯盖上的三个开口的直径需要小于试验杯。滑板需要配有发条或其他装置,保证其处在特定的位置。当滑板处在打开位置,杯盖上的其他两个开口需处在相应的位置上。O 形环需要由耐热材料组成,并在杯盖关闭的时候提供良好的密封作用。

注:一些仪器是自动引入测试火焰的。

A.1.1.4 电加热器

附在试验杯底部,用于提供有效的热量传递。加热器的控制需要有效维持试验杯温度,在不大于 100°C 的范围内,温度控制在 $\pm 0.5^\circ\text{C}$,大于 100°C 的范围内,温度控制在 $\pm 2.0^\circ\text{C}$ 。

A.1.2 测试火焰或引燃火焰

火焰可以用任何适宜的易燃气体作为燃料(如:天然气、民用煤气、液化石油气)。火焰的直径应为 4 mm 。

A.1.3 计时装置

计时装置能够在 $60\text{ s} \pm 2\text{ s}$ 和 $120\text{ s} \pm 4\text{ s}$ 的时间发出可以听得见的信号。

A.1.4 温度传感器

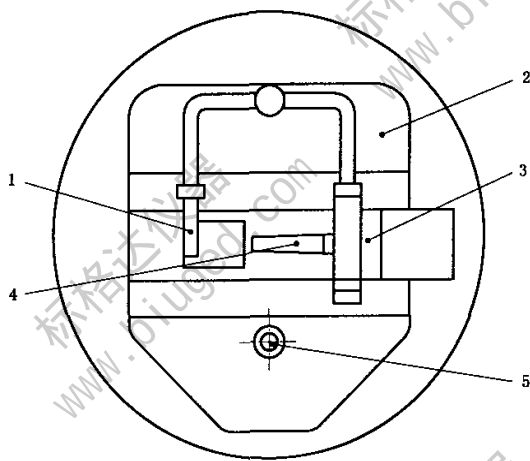
玻璃液体温度计符合附录 B 规定的要求,或者可以是温度测量装置或准确度相当的装置。温度传感器的内部选择基于试验条件下样品的期望闪点。

A.1.5 试验杯冷却器(可选择的)

电帕尔贴效应冷却器。或其他合适的冷却装置。

A.1.6 闪点检测器(可选择的)

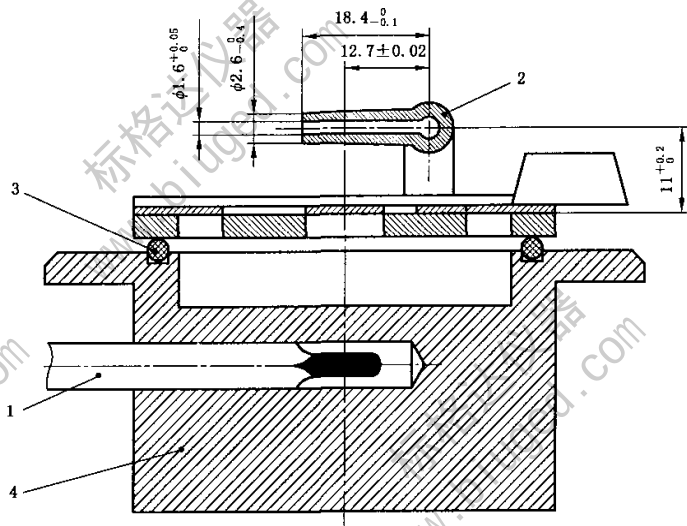
闪点火焰的检测使用低质量的热电偶装置。当 100 ms 内温度上升 6.0°C 时,说明得到闪点。



- 1——引导火焰的喷嘴；
- 2——杯盖；
- 3——滑板；
- 4——点火器；
- 5——加样孔。

图 A.1 试验杯组件的平面图

单位为毫米



- 1——温度传感器；
- 2——点火器；
- 3——“O”型密封圈；
- 4——模块。

图 A.2 经点火器剖切闪点测定器的剖面图

单位为毫米

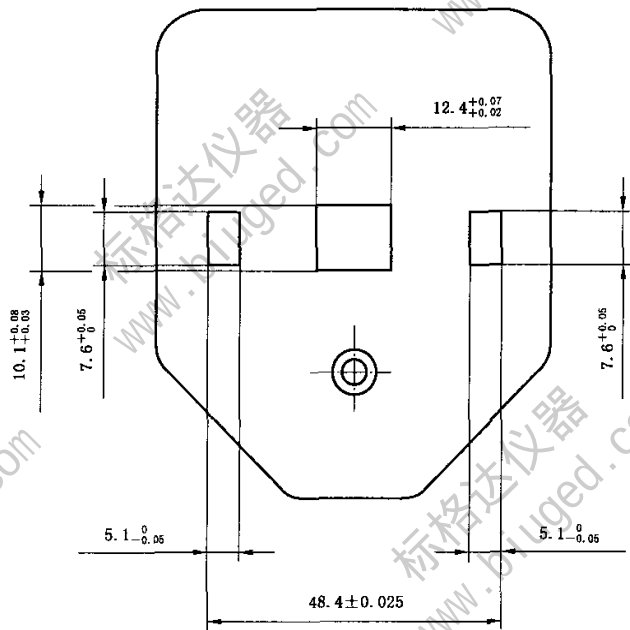


图 A.3 杯盖

单位为毫米

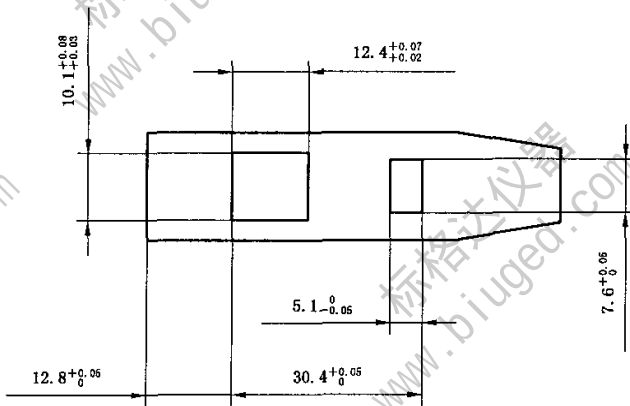


图 A.4 滑板

单位为毫米

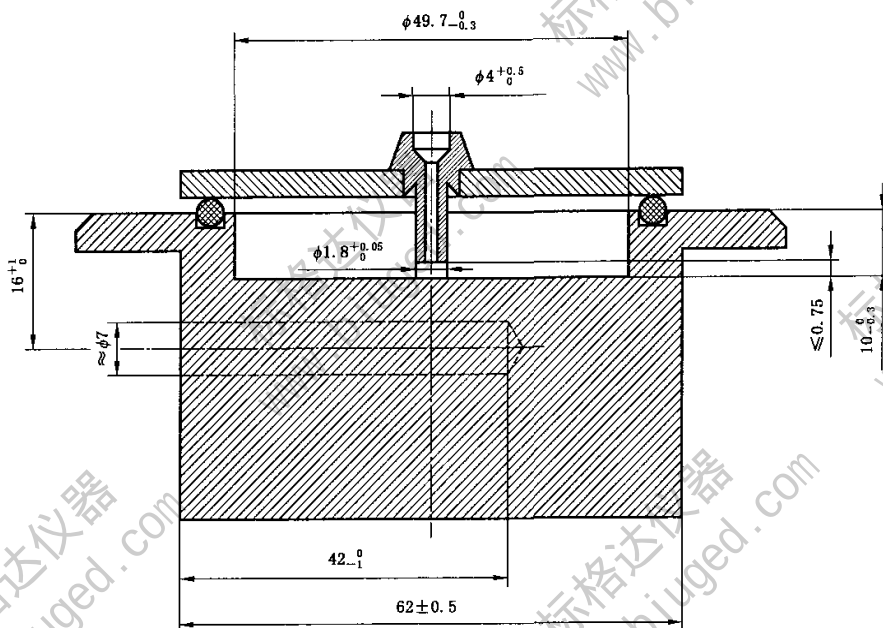


图 A.5 经加料孔剖切闪点测定器的剖面图

附 录 B
(规范性附录)
温度计规格

表 B.1 给出了 A.1.4 中关于玻璃液体温度计的规格。可替换的温度测量装置和/或系统需要满足这些温度计部分浸入特性的精确度的要求。

表 B.1 温度计规格

类型	摄氏零度以下	低范围	高范围
温度范围/℃	−30~100	0~110	100~300
浸没深度/mm	44	44	44
刻度标记/℃			
细分	1	1	2
每根长线	5	5	10
每个数字	10	10	10
最大线宽/mm	0.15	0.15	0.15
刻度误差(最大)/℃	0.5	0.5	2.0
气体膨胀室	要求	要求	要求
总长度/mm	195~200	195~200	195~200
茎外部直径/mm	6~7	6~7	6~7
球形长度/mm	10~14	10~14	10~14
球形外部直径/mm	4~6	4~6	4~6
刻度位置			
球形底部到线/℃	−30	0	100
距离/mm	57~61	48~52	48~52
刻度范围的长度/mm	115~135	115~135	115~135
注：IP91(低范围)和 IP98(高范围)温度计符合上述要求，目前，没有符合零度以下要求的温度计。			

附录 C

(资料性附录)

仪器的校准

C.1 概述

本附录介绍了标准样品(SWS)的制定步骤,并且使用 SWS 和有证标准物质(CRM)进行校准核查的过程。仪器的性能应该根据 ISO 导则 34[2]和 ISO 导则 35[3]提供的 CRM,或者根据 C.2.2 中给出的内部参考物质(SWS)。仪器的性能应该根据 ISO 导则 33[1]和 ISO 4259[5]给出的指导进行评估。

对于试验结果的真实性评估设定为 95%的置信度。

C.2 校准核查标准

C.2.1 有证标准物质(CRM)

通过 ISO 导则 34 和 ISO 导则 35,使用明确的方法通过不同实验室之间的研究得到特定物质的确定的闪点数值。这些特定物质由一个稳定的碳氢化合物或其他稳定的物质所组成。

C.2.2 标准样品(SWS)

由一个稳定的石油产品或单一的碳氢化合物或者是其他稳定的物质组成,它们的闪点测试可以通过以下任一方法获得:

- 通过在已经用 CRM 校正过的一台仪器上对具有代表性的二次取样物质进行最少三次的闪点检测,对数据结果进行统计分析,去除异常值后,计算结果的算术平均值;
- 在至少三个实验室间在相同的条件下对代表性的物质开展定义的闪点测试项目。通过对不同实验室间的数据进行统计分析后计算闪点数值。

将 SWS 保存在能够保存 SWS 性能的容器中,避光保存,温度不超过 10℃。

C.3 步骤

C.3.1 选择 CRM 或 SWS,使其闪点落在选用仪器的测量范围内。表 C.1 给出了近似的闪点数值。

推荐使用至少两种 CRM 或 SWS 以期覆盖较宽的检测范围。除此以外,推荐使用 CRM 和 SWS 的等分试样进行重复性实验。

C.3.2 对于新的仪器,或使用了一年的仪器,需要根据第 10 章使用 CRM(参见 C.2.1)进行校正检验。

C.3.3 对于中间校正,建议根据第 10 章通过使用 SWS(参见 C.2.2)进行校正检验。

C.3.4 根据第 11 章对数据结果进行大气压校正,记录校正后的数据,精确至 0.1℃,作为永久记录。

C.4 试验结果的评估

C.4.1 概述

对比 CRM 或 SWS 的实验后的校正结果。

在 C.4.1.1 和 C.4.1.2 中给出公式中,再现性是通过 ISO 4259[5]确定,CRM 和 SWS 的确定值是通过 ISO 导则 35 给出的步骤得到。同时也假定不确定度与测定方法的标准偏差相比很小,与再现性 R 相比很小。

C.4.1.1 单次测试

对于 CRM 或 SWS 的单次测定,单次测试的结果与 CRM、SWS 的测定结果之间的差别应该在下述偏差范围之内:

$$|\chi - \mu| \leq \frac{R}{\sqrt{2}}$$

式中：
 χ ——检测结果；
 μ ——CRM 的确定值或 SWS 的赋值；
 R ——检测方法的再现性。

表 C.1 碳氢化合物闭杯闪点实验的大致数值

碳氢化合物	闪点/℃
2,2,4-三甲基戊烷(异辛烷)	-9.5
甲苯	6.0
辛烷	14
1,4-二甲苯	27
壬烷	2
癸烷	49
十一烷	63
十二烷	81
十四烷	109
十六烷	134

C.4.1.2 多次测试

如果重复实验的次数 n , 基于 CRM 或 SWS, n 次测试的结果与 CRM、SWS 的测定结果之间的差别应该在下述偏差范围之内：

$$|\bar{\chi} - \mu| \leq \frac{R_1}{\sqrt{2}}$$

式中：
 $\bar{\chi}$ ——检测结果的平均值；
 μ ——CRM 的确定值或 SWS 的赋值；
 $R_1 = \sqrt{R^2 - r^2 [1 - (1 - 1/n)]}$ 。

式中：
 R ——实验方法的再现性；
 r ——实验方法的重复性；
 n ——CRM 和 SWS 进行实验的重复次数。

- C.4.2 如果测试的结果在偏差要求范围内，记录事实情况。
- C.4.3 如果实验结果证实不符合偏差要求，如果 SWS 已经使用过，用 CRM 重复进行实验。如果实验结果证实符合偏差要求，记录事实情况，去除 SWS 结果。
- C.4.4 如果实验结果证实不符合偏差要求，检查仪器并查看仪器是否处于说明的工作状态要求。如果没有明显的不符合的情况，使用不同的 CRM 进行重新校正测试。如果结果符合偏差要求，记录事实情况，如果仍然不在偏差要求范围内，需将仪器送往仪器生产商处进行全面检修。

附录 D
(资料性附录)
试验杯插入物的使用

D.1 概述

试验结束后,从试验杯中清除确定的样品是困难并耗时的。插在试验杯中,可任意使用的薄型金属杯解决了这个问题。

D.2 试验杯内衬垫的材质

任意金属薄膜,厚度约 0.05 mm,如果金属薄膜的形状完全适合试验杯,则可以使用。

D.3 步骤

使用固体的金属块或合适的工具将薄膜在试验杯中成型。试验杯内衬垫需要适合试验杯本身。

D.4 校准

使用 CRM 或 SWS(见 7.4)对试验杯和试验杯内衬材料进行校准。

参 考 文 献

- [1] ISO 导则 33:2000 标准物质的使用.
 - [2] ISO 导则 34:2000 标准样品生产者能力的通用要求.
 - [3] ISO 导则 35:1989 标准物质定值的一般原则和统计原理.
 - [4] GB/T 21792—2008 闪燃和非闪燃测定 闭杯平衡法(ISO 1516:2002,IDT).
 - [5] ISO 4259:1992 石油产品和试验方法相关的精密度数据的测定和使用.
 - [6] Bell, L. H. J. *Inst. Petrol.*, 57(556), July 1971.
 - [7] Rybicky, J. and Stevens, J. R. *J. Coatings Technol.*, 53(676), May 1981:40-42.
-