



中华人民共和国国家计量技术规范

JJF XXXX—XXXX

冷滤点测定仪校准规范

Calibration Specification for Cold Filter Plugging Point Testers

(征求意见稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

国家市场监督管理总局 发布

冷滤点测定仪校准规范

Calibration Specification for
Cold Filter Plugging Point Testers

JJF XXXX—XXXX

归口单位：全国物理化学计量技术委员会

主要起草单位：山东省计量科学研究院
中国计量科学研究院

参加起草单位：辽宁省计量科学研究院

本规范委托全国物理化学计量技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

X X X ()

X X X ()

X X X ()

参加起草人：

X X X ()

X X X ()

X X X ()

X X X ()

全国物理化学计量技术委员会MTC17

目 录

引言	(II)
1 范围	(1)
2 引用文件	(1)
3 术语	(1)
4 概述	(1)
5 计量特性	(2)
6 校准条件	(2)
6.1 环境条件	(2)
6.2 测量标准及其他设备	(2)
7 校准项目和校准方法	(2)
7.1 压差误差	(3)
7.2 温度误差	(3)
7.3 冷滤点示值误差	(3)
7.4 冷滤点示值重复性	(4)
8 校准结果表达	(3)
9 复校时间间隔	(5)
附录 A 冷滤点测定仪校准逐级降温程序	(6)
附录 B 冷滤点测定仪校准原始记录格式	(7)
附录 C 冷滤点测定仪校准证书内页格式	(8)
附录 D 冷滤点示值误差测量不确定度评定示例	(9)

引言

本规范依据 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》、JJF 1071-2010《国家计量校准规范编写规则》进行编制。

在编制过程中，参考了 NB/SH/T 0248-2019《柴油和民用取暖油冷滤点测定法》、IP 309/16《柴油和民用取暖油-冷滤点的测定-逐级冷浴法》、ASTM D6371-2017a《柴油和供暖燃料冷滤点的标准试验方法》等文件中的技术指标、检测方法、原理等内容。

本规范为首次发布。

全国物理化学计量技术委员会

冷滤点测定仪校准规范

1 范围

本规范适用于冷滤点测定仪的校准。

2 引用文件

本规范引用了下列文件：

NB/SH/T 0248-2019 柴油和民用取暖油冷滤点测定法

IP 309/16 柴油和民用取暖油-冷滤点的测定-逐级冷浴法 (Diesel and domestic heating fuels - Determination of cold filter plugging point - Stepwise cooling bath method)

ASTM D6371-2017a 柴油和供暖燃料冷滤点的标准试验方法 (Standard test method for cold filter plugging point of diesel and heating fuels)

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规范。

3 术语

NB/SH/T 0248-2019 界定的及以下术语和定义适用于本规范。

冷滤点 cold filter plugging point

试样在规定条件下冷却，当试样不能流过过滤器或 20 mL 试样流过过滤器的时间大于 60 s 或试样不能完全流回试杯时的最高温度。

4 概述

冷滤点测定仪（简称仪器）用于测定柴油、民用取暖油等石油产品的冷滤点。其测量原理是将试样在规定条件下冷却，通过 2 kPa 可控真空装置，使试样经标准滤网过滤器吸入吸量管。试样每低于前次温度 1℃，重复此步骤直至试样中蜡状结晶析出量足够使流动停止或流速降低，记录试样充满吸量管的时间超过 60 s 或不能完全返回到试杯时的温度作为冷滤点。仪器采用目视或光学监测的方式进行测量，主要由真空系统、降温系统、光学测试系统（自动仪器适用）、计时装置、试杯套件等组成。

5 计量特性

仪器的计量特性及技术指标见表 1。

表 1 计量特性及技术指标

计量特性	技术指标	
压差误差	不超过±0.05 kPa	
温度误差	-34.0℃	不超过±0.5℃
	-51.0℃	不超过±1.0℃
	-67.0℃	不超过±2.0℃
冷滤点示值误差	≥-20℃	不超过±4.0℃
	<-20℃	不超过±6.0℃
冷滤点示值重复性	≤2.0℃	
注：以上指标不作为合格性判定依据，仅供参考。		

6 校准条件

6.1 环境条件

6.1.1 温度：（15~35）℃；

6.1.2 相对湿度：不大于 85%；

6.1.3 供电电源：交流电压（220±22）V，（50±1）Hz；

6.1.4 仪器周围应无影响仪器正常工作的电磁场和其它冷热源影响，仪器应置于平稳的工作台上，且避免阳光直射。

6.2 测量标准及其他设备

6.2.1 数字压力计（年稳定性合格）或其他测量装置：测量范围（-10~10）kPa，准确度等级不低于 0.05 级。

6.2.2 温度计：能够覆盖待测温度范围，分度值不大于 0.1℃。也可采用其他满足准确度等级要求的温度测量设备及传感器，最大允许误差不超过校准温度点允许误差的 1/3。

6.2.3 有证标准物质：根据被校准仪器的实际使用范围，选择适用的冷滤点有证标准物质，冷滤点≥-20℃，不确定度不大于 2.0℃（ $k=2$ ）；冷滤点<-20℃，不确定度不大于 3.0℃（ $k=2$ ）。

6.2.4 电子秒表：最大允许误差不超过±0.07 s/10 min。

7 校准项目和校准方法

7.1 压差误差

按要求连接真空源和真空调节装置，调整真空调节装置中空气流速，使仪器水位压差计的压差稳定，将数字压力计同吸滤管连接，待读数稳定后记录数字压力计读数。重复测量 3 次，按公式（1）和（2）计算压差误差 ΔP 。

$$\bar{P} = \frac{\sum_{i=1}^n |P_i|}{n} \quad (1)$$

$$\Delta P = 2.00 - \bar{P} \quad (2)$$

式中：

\bar{P} —— 3 次测量结果的算术平均值，kPa；

P_i —— 第 i 次测量值，kPa；

n —— 测量次数， $n=3$ ；

ΔP —— 压差误差，kPa；

2.00 —— 仪器试验规定压差，kPa。

注：全自动仪器不校准此项。

7.2 温度误差

在仪器规定的使用条件下，设定温度 T_0 （-34.0℃、-51.0℃或-67.0℃），待冷浴温度第一次达到设定温度后稳定至少 20 min，用温度计测量套管附近冷浴温度，每隔 1 min 测量 1 次。重复测量 3 次，按公式（3）计算温度误差 ΔT 。

$$\Delta T = T_0 - \bar{T} - T_x \quad (3)$$

式中：

ΔT —— 温度误差，℃；

T_0 —— 仪器温度示值，℃；

\bar{T} —— 3 次测量结果的算术平均值，℃；

T_x —— 温度计在该温度点的修正值，℃。

注：无冷却介质的仪器不校准此项。

7.3 冷滤点示值误差

7.3.1 手动冷滤点测定仪校准步骤

a) 标准物质加入及温度计安装：根据客户需求选择合适的标准物质，将标准物质倒入清洁、干燥的试杯至刻线处。选用量程与所测标准物质标准值匹配的温度计，将装

有温度计、吸量管（预先与过滤器连接）的塞子塞入试杯中，并按要求调整温度计和过滤器位置。

b) 试杯安装及调整：将标准物质温度预热至 $(30 \pm 5)^\circ\text{C}$ 后，再将试杯垂直放入已冷却至 -34.0°C 冷浴中的套管内，连接并调整好真空源和真空调节装置。

c) 冷滤点确定：当标准物质温度降到高于标准值 10°C 时，开始试验。标准物质通过过滤器进行抽吸，同时开始计时。当标准物质达到吸量管刻度标记时，停止计时并使吸量管与大气相通，标准物质自然流回至试杯。若第一次过滤达到吸量管刻度标记的时间超过 60 s ，则放弃本次实验，在稍高温下，重复实验。标准物质温度每降低 1°C ，重复操作，直到 60 s 内吸量管不能吸入 20 mL 标准物质为止，将最后一次过滤开始的温度作为标准物质的冷滤点 T_1 。否则，将试杯放入套管中继续降温并测试。按照附录 A 的规定，每当标准物质降到一定温度仍未测得冷滤点，则将套管转移到更低温度的冷浴中再次测定。

d) 重复测量：按上述步骤重复测量两次得到 T_2 和 T_3 。

e) 按 (4) 式计算冷滤点示值误差：

$$\Delta T = \bar{T} - T_s \quad (4)$$

式中：

ΔT ——冷滤点示值误差， $^\circ\text{C}$ ；

\bar{T} ——3 次测量值 T_1 、 T_2 和 T_3 的算术平均值， $^\circ\text{C}$ ；

T_s ——冷滤点标准物质标准值， $^\circ\text{C}$ 。

7.3.2 自动冷滤点测定仪校准步骤

a) 按照使用说明书要求开机预热，并设置相关参数。

b) 根据客户要求选择合适的冷滤点标准物质。

c) 将标准物质倒入清洁、干燥的试杯至刻线处，将试杯放入仪器中，连接吸量管到真空系统，开始测试。测试完成后记录测定结果 T_1 。

d) 重复测量：按上述步骤重复测量两次得到 T_2 和 T_3 。

e) 按 (4) 式计算冷滤点示值误差。

7.4 冷滤点示值重复性

根据 7.3 中的测试结果，按照公式 (5) 计算冷滤点示值重复性。

$$\delta = T_{\max} - T_{\min} \quad (5)$$

式中：

δ ——冷滤点示值重复性， $^{\circ}\text{C}$ ；

T_{\max} 、 T_{\min} ——3次冷滤点测量结果中的最大值和最小值， $^{\circ}\text{C}$ 。

8 校准结果表达

校准结果应在校准证书上反映。校准证书应至少包括以下信息：

- a) 标题：“校准证书”；
- b) 实验室名称和地址；
- c) 进行校准的地点（如果与实验室的地址不同）；
- d) 证书的唯一性标识（如编号），每页及总页数的标识；
- e) 客户名称和地址；
- f) 被校仪器的制造单位、名称、型号及编号；
- g) 进行校准的日期，如果与校准结果的有效性和应用有关时，应说明被校对象的接收日期；
- h) 校准所依据的技术规范的标识，包括名称及代号；
- i) 本次校准所用测量标准的溯源性及有效性说明；
- j) 校准环境的描述；
- k) 校准结果及其测量不确定度的说明；
- l) 对校准规范的偏离的说明（如有）；
- m) 校准证书或校准报告签发人的签名、职务或等效标识；
- n) 校准结果仅对被校对象有效的声明；
- o) 未经实验室书面批准，不得部分复制证书的声明。

9 复校时间间隔

仪器复校时间间隔建议为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。如果对仪器对检测数据有怀疑、仪器更换主要部件或进行过修理，应对该仪器重新校准。

附录 A

冷滤点测定仪校准逐级降温程序

冷浴序号	浴温设定℃	标准物质冷滤点温度范围℃
1	-34.0	开始 ~ -20
2	-51.0	-20 ~ -35
3	-67.0	-35 ~ -51

全国物理化学计量技术委员会MTC11

附录 B

冷滤点测定仪校准原始记录格式

证书编号：

原始记录编号：

送校单位：		校准地点：			
制造厂：		仪器型号：		仪器编号：	
环境温度：		环境湿度：		校准依据：	
校准日期：		校准员：		核验员：	
测量标准及其他设备	编号	测量范围	不确定度或准确度等级或最大允许误差	证书编号	有效期

一、压差误差

规定压差 /kPa	实测值/kPa				压差误差/kPa	扩展不确定度 ($k=2$) /kPa
	1	2	3	平均值		

二、温度误差

设定温度/°C	实测值/°C				温度误差/°C	扩展不确定度 ($k=2$) /°C
	1	2	3	平均值		

三、冷滤点示值误差和重复性

标准值 /°C	仪器示值/°C				示值误差/°C	扩展不确定度 ($k=2$) /°C	示值重复性 /°C
	1	2	3	平均值			

以下空白

附录 C

冷滤点测定仪校准证书内页格式

证书编号：××××—××××

校准结果

一、压差误差：

规定值/kPa	测量值/kPa	压差误差/kPa	扩展不确定度 (k=2)

二、测量重复性

设定值/℃	测量值/℃	温度误差/℃	扩展不确定度 (k=2)

三、冷滤点示值误差和重复性

标准值/℃	测量值/℃	示值误差/℃	扩展不确定度 (k=2)	示值重复性/℃

以下空白

附录 D

冷滤点示值误差测量不确定度评定示例

D.1 概述

D.1.1 环境条件：温度：（15~35）℃；相对湿度：不大于 85%。

D.1.2 校准用标准物质：符合 6.2.3 中要求。

D.1.3 测量方法：按 7.3 进行冷滤点示值误差的校准。

D.2 测量模型及不确定度计算公式

D.2.1 测量模型

$$\Delta T = \bar{T} - T_s \quad (\text{D.1})$$

式中：

ΔT ——冷滤点示值误差，℃；

\bar{T} ——3 次冷滤点测量结果的算术平均值，℃；

T_s ——冷滤点标准物质标准值，℃。

D.2.2 不确定度传播律

测量量 \bar{T} 与 T_s 彼此不相关，则：

$$[u_c(\Delta T)]^2 = c_1^2 [u(\bar{T})]^2 + c_2^2 [u(T_s)]^2 \quad (\text{D.2})$$

灵敏系数为：

$$c_1 = \frac{\partial(\Delta T)}{\partial(\bar{T})} = 1, \quad c_2 = \frac{\partial(\Delta T)}{\partial(T_s)} = -1$$

D.3 不确定度评定

D.3.1 标准不确定度分量来源及其描述

各标准不确定度分量来源及其描述见表 D.1

表 D.1 各标准不确定度分量来源及其描述

输入量	不确定度来源	不确定度分量
-----	--------	--------

标准值不确定度 $u(T_s)$	标准物质引入的分量	u_1
仪器示值不确定度 $u(\bar{T})$	示值重复性引入的分量	u_2
	测试温度间隔引入的分量	u_3

D.3.2 标准物质引入的不确定度分量 u_1

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，以冷滤点标准物质 GBW13248 为例， $U=2.0^\circ\text{C}$ ($k=2$)，则标准物质引入的不确定度分量按下式计算：

$$u_1 = \frac{2.0}{2} = 1.0 \text{ (}^\circ\text{C)} \quad (\text{D.3})$$

D.3.3 示值重复性引入不确定度分量 u_2

对标准物质重复测量三次，测量结果分别为 -7°C 、 -7°C 和 -8°C ，用极差法计算示值重复性引入的不确定度分量。则示值重复性引入不确定度分量按下式计算：

$$u_2 = \frac{-7 - (-8)}{1.69 \times \sqrt{3}} = 0.34 \text{ (}^\circ\text{C)} \quad (\text{D.4})$$

D.3.4 测试温度间隔引入的不确定度分量 u_3

冷滤点测定仪校准时测试温度间隔为 1°C ，即温度每降低 1°C 重复操作一次，按均匀分布计算，则测试温度间隔引入的不确定度分量按下式计算：

$$u_3 = \frac{1}{2 \times \sqrt{3}} = 0.29 \text{ (}^\circ\text{C)} \quad (\text{D.5})$$

D.3.5 测定仪示值不确定度分量 $u(\bar{T})$

测定仪示值不确定度分量按下式计算：

$$u(\bar{T}) = \sqrt{u_2^2 + u_3^2} \approx 0.5 \text{ (}^\circ\text{C)} \quad (\text{D.6})$$

D.4 合成标准不确定度

标准不确定度分量汇总表见表 D.2：

表 D.2 标准不确定度汇总表

不确定度分量(x_i)	不确定度来源	标准不确定度	灵敏系数 c_i	$ c_i u(x_i)$
$u(T_s)$	标准值引入不确定度	1.0°C	1	1.0°C

$u(\bar{T})$	仪器示值引入不确定度	0.5℃	-1	0.5℃
--------------	------------	------	----	------

以上各影响量互相独立，所以示值误差的合成标准不确定度 u_c 为

$$u_c(\Delta T) = \sqrt{c_1^2 [u(\bar{T})]^2 + c_2^2 [u(T_s)]^2} \approx 1.2 \text{ (}^\circ\text{C)} \quad (\text{D.7})$$

D.5 扩展不确定度 U

取包含因子 $k=2$ ，冷滤点示值误差测量结果的扩展不确定度为：

$$U = k \cdot u_c(\Delta T) = 2 \times 1.2 = 2.4 \text{ (}^\circ\text{C)} \quad (\text{D.8})$$

全国物理化学计量技术委员会MTC17

全国物理化学计量技术委员会MTC17

中华人民共和国
国家计量技术规范
冷滤点测定仪校准规范
JF XXXX—XXXX
国家市场监督管理总局发布