

# 冷滤点测定仪校准规范

## 编制说明

全国物理化学计量技术委员会MTC11

山东省计量科学研究院  
中国计量科学研究院

2023 年 8 月

## 一、任务背景

冷滤点测定仪在石油化工行业中应用广泛，但目前国内还没有该仪器的计量技术规范，包括山东省院、辽宁省院等少数计量技术机构通过自编校准方法开展该仪器的校准测试，但校准方法和内容各异，为确保该类仪器的计量单位统一和量值溯源准确可靠，迫切需要国家层面的校准规范来统一仪器计量校准方法，满足我国各级实验室对冷滤点测定仪的计量需求和对该仪器的监管需要。因此，2022 年，根据市监计量[2022]70 号文，市场监管总局办公厅下达《2022 年国家计量技术规范制定、修订及宣贯计划》的通知，由山东省计量科学研究院和中国计量科学研究院负责，辽宁省计量科学研究院等单位共同承担“冷滤点测定仪校准规范”项目的制定。

## 二、目的和意义

冷滤点是指柴油、民用取暖油等油品在规定的降温条件下，低温结晶到一定程度堵塞滤网时对应的温度，它是检验油品低温使用性能的重要物理指标。在运输、贮存和使用过程中，当环境温度较低时，柴油中的蜡或生物柴油中的长链饱和脂肪酸甲酯结晶析出，使油品变稠失去流动性，逐步呈现凝固状态，从而堵塞柴油发动机的输油管和过滤器，甚至不能从油箱泵送到发动机，造成无法启动，严重制约其在低温下的使用。因此，冷滤点的准确测定有重要意义。冷滤点测定仪在石化行业保有量大，使用频繁，如何保证仪器的测量准确一致，则显得十分必要。本规范制定的目的即对冷滤点测定仪各项参数的校准制定计量依据，使仪器能够进行规范化的量值溯源，有利于对仪器的使用状态进行监控，对该仪器测试结果的准确性提供技术保障。

## 二、制订规范主要的参考资料

制定本规范的主要参考资料主要有：

- (1) JJF 1001-2001 《通用计量术语及定义》
- (2) JJF1059.1-2012 《测量不确定度评定与表示》
- (3) JJF 1071-2010 《国家计量校准规范编写规则》
- (4) NB/SH/T 0248-2019 《柴油和民用取暖油冷滤点测定法》
- (5) IP 309/16 《柴油和民用取暖油-冷滤点的测定-逐级冷浴法》

(6) ASTM D6371-2017a《柴油和加热燃料冷滤点的标准试验方法》

### 三、仪器与计量标准调研

可查阅的冷滤点测定检验标准发布于 1982 年, SH/T 0248-92《馏分燃料冷滤点测定法》代替了 SY 2413-83, 该标准参照采用英国石油学会标准 IP 309/83《馏分燃料的冷过滤堵塞点》。此标准中规定在 1961 Pa (200 mmH<sub>2</sub>O) 压差下抽吸; 实验中冷浴温度分别为-17℃±1℃、-34℃±1℃、-51℃±1℃和-67℃±1℃; 重复性限为:  $Y=0.033(30-\bar{x})$ ; 再现性限为:  $R=0.092(30-\bar{x})$ 。2006 年冷滤点测定检验标准根据 IP 309/99《柴油和民用取暖油冷滤点测定法》重新起草, 发布实施了 SH/T 0248-2006《柴油和民用取暖油冷滤点测定法》。该标准取消了-17℃±1℃的冷浴要求, 并将其他冷浴条件更改为-34℃±0.5℃、-51℃±1.0℃和-67℃±2.0℃; 压差规定为 200 mmH<sub>2</sub>O±1 mmH<sub>2</sub>O; 重复性限规定为 1℃; 再现性限为:  $R=0.103(25-\bar{x})$ 。2019 年冷滤点测定检验标准根据 IP 309/16《柴油和民用取暖油-冷滤点的测定-逐级冷浴法》重新起草, 发布实施了 SH/T 0248-2019《柴油和民用取暖油冷滤点测定法》。该标准规定压差为 2 kPa±0.05 kPa; 冷浴条件仍为-34℃±0.5℃、-51℃±1.0℃和-67℃±2.0℃; 重复性限为:  $r=1.2-0.027\bar{x}$ ; 再现性限为:  $R=3.0-0.060\bar{x}$ 。

国内冷滤点的测量方法标准有且仅有一个, 即 NB/SH/T 0248。可见, 冷滤点的测定严格依赖该方法标准, 冷滤点测定仪的条件要求也必须符合该方法标准。2014 年, 中国机械工业联合会发布实施了 JB/T 11943-2014《自动冷滤点测定器技术条件和测试评价方法》, 该标准中技术要求主要依据 SH/T 0248 进行制定。因此本校准规范也主要依据 NB/SH/T 0248-2019 柴油和民用取暖油冷滤点测定法。国内该仪器的生产厂家主要有大连远东兴仪器有限公司、大连北方分析仪器有限公司、上海昌吉地质仪器有限公司、武汉松涛分析仪器有限公司、湖南津市市石油化工仪器有限公司、天津市华北制冷技术有限公司、大庆日上仪器制造有限公司、江苏江分电分析仪器有限公司、大连离合仪器有限公司等生产的手动式冷滤点测定仪。随着国际能源贸易及仪器自动化的发展, 国外的全自动冷滤点测定仪也在我国有较多的使用。常见的有法国 ISL 公司、美国 PAC 公司、德国海尔潮公司、奥地利 Anton paar、美国 LAwLER 公司等厂家生产的全自动冷滤点测定仪。此类仪器大多依据 ASTM D6371-2017a《柴油和加热燃料冷滤点的标准试验方法》或 IP 309/16《柴油和民用取暖油-冷滤点的测定-逐级冷浴法》, ASTM D6371 参考了 IP 309/16, 并在试验过程中各步骤和要求基本同 IP 309/16

保持一致。

在计量标准方面，中国计量科学研究院自 2017 年就已研制了一系列冷滤点标准物质，现为我国一级有证标准物质，其量值准确，不确定度小，多年来在石化行业有广泛的应用，也是本规范选用的主要计量标准，如表 1。其他计量标准则是压力计和温度计，是常规设备，只要经过检定合格或者校准符合要求就可直接使用。

表 1 冷滤点有证标准物质

标准物质研制机构	标准物质编号	标准值/℃	不确定度/℃ ( $k=2$ )
中国计量科学研究院	GBW13247	2.2	2.0
	GBW13248	-5.2	2.0
	GBW13249	-19.9	2.0
	GBW13250	-35.2	3.0

注：标准物质质量值不同批次有较小的变化，不确定度不变。

山东省计量科学研究院于 2017 年自编冷滤点测定仪校准规范（SDIM/CJGGH16-2017），并于同年通过 CNAS 认可，随即开展该仪器的计量校准工作。历年来使用中国计量科学研究院生产的冷滤点标准物质均具有较好的校准结果。

#### 四、主要技术内容的说明

起草组通过查阅资料、走访生产及使用单位，对国内仪器测试标准、技术文献等资料进行了充分调研后，制定了本校准规范，主要内容包括范围、引用文件、概述、计量特性、校准条件、校准项目和校准方法、校准结果表达、复校时间间隔、附录、等部分。具体内容和依据如下：

##### 1、范围

“本规范适用于冷滤点测定仪的校准”。限定了规范的适用范围，通过工标网等系统查询，“冷滤点”一词仅源自于 SH/T 0248 该方法标准，不存在其他定义解释，方法也仅此一种，不会存在歧义误解。

##### 2、引用文件

本规范主要引用了 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（Diesel and domestic heating fuel - Determination of cold filter plugging point - Stepwise cooling bath method）、ASTM D6371-2017a 柴油和加热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）的部分内容。

### 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。

该术语等同采用 NB/SH/T 0248-2019《柴油和民用取暖油冷滤点测定法》中冷滤点的定义和英文翻译。

### 4、概述

在概述部分主要对冷滤点测定仪的原理作简单介绍，参考 NB/SH/T 0248 的相关技术资料编写。

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。其测量方法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

计量特性指标主要参考 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《柴油和加热燃料冷滤点》的标准试验方法中重复性限和再现性限、标准物质的不确定度和实际试验数据及仪器说明书等材料确定。

#### 5.1 压差误差

手动法冷滤点测定仪的真空系统是 U 型液体压力计和抽吸泵组成，按标准要求提供 2 kPa 的压差。查阅标准 NB/SH/T 0248、IP 309 和 ASTM D 6371，标准中测量方法都规定压差为  $2\text{ kPa} \pm 0.05\text{ kPa}$ 。因此对压差误差进行校准，并在本规范中将压差误差指标定为不超过  $\pm 0.05\text{ kPa}$ 。在实际校准工作中，部分仪器不能满足此要求，但通过调整即可符合要求。大多数用户不具备自校该项目的条件，因此通过本校准规范对压差误差进行校准有效地保障了测量的准确性。

#### 5.2 温度误差

查阅标准 NB/SH/T 0248、IP 309 和 ASTM D 6371, 标准中对冷浴温度要求为  $(-34 \pm 0.5)^\circ\text{C}$ 、 $(-51 \pm 1)^\circ\text{C}$  和  $(-67 \pm 2)^\circ\text{C}$ , 本规范通过对仪器设定温度分别为  $-34^\circ\text{C}$ 、 $-51^\circ\text{C}$  或  $-67^\circ\text{C}$ , 待冷浴温度稳定后, 用温度计测量冷浴场工作区域温度, 试验结果能够满足标准要求, 因此本规范中将温度误差指标分别定为  $-34^\circ\text{C}$ : 不超过  $\pm 0.5^\circ\text{C}$ 、 $-51^\circ\text{C}$ : 不超过  $\pm 1^\circ\text{C}$  和  $-67^\circ\text{C}$ : 不超过  $\pm 2^\circ\text{C}$ 。冷浴温度对冷滤点的测定有一定影响, 例如, 冷浴温度较低会导致油品降温速率快, 使测量的冷滤点偏低。在实际校准工作中, 常发现冷浴温度偏差较大, 不过该项目可以通过温度修正使仪器符合要求。

### 5.3 冷滤点示值误差

针对柴油冷滤点, 国家标准 GB 252-2015《普通柴油》中依照 SH/T 0248 试验方法, 要求不同牌号的冷滤点分别不得高于  $8^\circ\text{C}$  (5 号)、 $4^\circ\text{C}$  (0 号)、 $-5^\circ\text{C}$  (-10 号)、 $-14^\circ\text{C}$  (-20 号)、 $-29^\circ\text{C}$  (-35 号)、 $-44^\circ\text{C}$  (-50 号); 国家标准 GB 19147-2016《车用柴油》中依照 SH/T 0248 试验方法, 同样要求不同牌号的冷滤点分别不得高于  $8^\circ\text{C}$  (5 号)、 $4^\circ\text{C}$  (0 号)、 $-5^\circ\text{C}$  (-10 号)、 $-14^\circ\text{C}$  (-20 号)、 $-29^\circ\text{C}$  (-35 号)、 $-44^\circ\text{C}$  (-50 号)。冷滤点测定仪测量范围能够覆盖标准要求的测量范围, 但不同地区仪器使用会根据当地实际情况进行测试。因此, 在充分考虑用户实际的使用需求下, 在规范中未指定特定的测量点进行校准。为结合不同型号仪器的技术指标及实际的测量结果 (详见试验报告), 当冷滤点测量值  $\geq -20^\circ\text{C}$  时, 示值误差在  $\pm (0 \sim 1)^\circ\text{C}$  时占比为 47.9%, 在  $\pm (1 \sim 2)^\circ\text{C}$  时为 37.5%, 在  $\pm (2 \sim 3)^\circ\text{C}$  时为 8.3%, 在  $\pm (3 \sim 4)^\circ\text{C}$  时为 4.2%, 超过  $\pm 4^\circ\text{C}$  为 2.1%; 当冷滤点测量值  $< -20^\circ\text{C}$  时, 示值误差在  $\pm (0 \sim 1)^\circ\text{C}$  时占比为 25%, 在  $\pm (1 \sim 2)^\circ\text{C}$  时为 50%, 在  $\pm (2 \sim 3)^\circ\text{C}$  时为 25%。由于标准物质的不确定度为  $2.0^\circ\text{C}$  ( $\geq -20^\circ\text{C}$  时) 和  $3.0^\circ\text{C}$  ( $< -20^\circ\text{C}$  时), 参考 NB/SH/T 0248、IP 309 和 ASTM D 6371 标准, 建议仪器测量值  $\geq -20^\circ\text{C}$ : 示值误差不超过  $\pm 4^\circ\text{C}$ ; 测量值  $< -20^\circ\text{C}$ : 示值误差不超过  $\pm 6^\circ\text{C}$ 。

### 5.4 冷滤点示值重复性

由于仪器测试时间较长, 测量值稳定, 因此规定进行 3 次测量, 按照极差法进行重复性计算。查阅标准 NB/SH/T 0248 和 ASTM D 6371, 在 NB/SH/T 0248 和 IP 309 中规定两次测量重复性限不超过  $r = 1.2 - 0.027\bar{X}$ 。在该限值的要求下, 当冷滤点  $\geq -20^\circ\text{C}$ , 两次测量重复性限小于  $1.74^\circ\text{C}$ , 当冷滤点  $< -20^\circ\text{C}$ , 两次测量重复性限则随测量值平均值减小而增大, 大于  $1.74^\circ\text{C}$ 。而在 ASTM D 6371 则中直接规定各测量点重

复性限为 1.76℃。根据不同型号仪器的技术指标及实际的校准结果（见试验报告），重复性为 0℃的约占 31%，重复性为 1℃的约占 65%，重复性为 2℃的约占 4%，参考标准中重复性限要求，建议仪器的重复性为 2℃。

## 6、校准条件

6.1 环境条件为常规试验条件。

6.2 测量标准及其他设备中数字压力计或其他测量装置用于测量手动法仪器的压差误差。（-10~10）kPa 的测量范围是压力计非常常用的测量范围，准确度等级不低于 0.05 级，则在此范围内，压力计测量的绝对误差为  $20 \times 0.05\% = 0.01 \text{ kPa}$ ，优于标准要求的 0.05 kPa，符合标准器优于被测值 1/3 原则（ $0.05/3 = 0.017 \text{ kPa}$ ）。

温度计用于测量手动法仪器的冷浴温度误差。要求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。

有证标准物质和电子秒表用于测量自动和手动仪器的冷滤点示值误差和示值重复性。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  $\geq -20^\circ\text{C}$ ，不确定度不大于  $2.0^\circ\text{C}$ （ $k=2$ ）；冷滤点  $< -20^\circ\text{C}$ ，不确定度不大于  $3.0^\circ\text{C}$ （ $k=2$ ）。该要求同现有国家一级标准物质不确定度一致，也同仪器计量技术指标匹配。电子秒表：最大允许误差不超过  $\pm 0.07 \text{ s}/10 \text{ min}$ 。

## 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，待稳定后记录数字压力计读数。重复测量 3 次，计算算术平均值，2.00 kPa 的标准值同测量算术平均值之差记为压差误差。

### 7.2 温度误差

在仪器规定的使用条件下，设定温度  $T_0$ （ $-34.0^\circ\text{C}$ 、 $-51.0^\circ\text{C}$ 或 $-67.0^\circ\text{C}$ ），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，计算算术平均值，不同温度点的标准值同测量算术平均值之差记为温度误差。

### 7.3 冷滤点示值误差和示值重复性

该处步骤参考 NB/SH/T 0248-2019 中测量要求进行测试，示值误差记为 3 次测量平均值同标准物质标准值之差；示值重复性记为 3 次测量的最大值与最小值之差。

## 8、校准结果表达

本部分规定了冷滤点测定仪校准结果的内容、要求等进行了具体的描述和规定，完全参照 JJF 1071-2010《国家计量校准规范编写规则》相关章节（5.12 节）编写。

## 9、复校时间间隔

参照 JJF 1071-2010 规定了复校时间间隔为建议不超过 12 个月，但由于复校时间间隔的长短是由仪器的使用情况、使用者、仪器本身质量等诸多因素所决定的，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。

## 10、附录

参照 JJF 1071-2010 给出了校准原始记录格式和校准证书内页格式。同时依据 JJF1059.1-2012《测量不确定度评定和表示》给出了不确定度评定示例。

## 五、制订规范参考资料的说明

制定本规范的主要参考资料主要有：

（1）编制依据的通用规范性文件有：

JJF 1001-2001 《通用计量术语及定义》

JJF1059.1-2012 《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》

（2）编制依据的技术规范性文件有：

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《柴油和加热燃料冷滤点的标准试验方法》

在“术语”和“概述”中引用了以上标准的“术语和定义”及“方法概要”。测量过程和技术指标参考了以上标准的相关内容。

参考文献：

[1] NB/SH/T 0248-2019 柴油和民用取暖油冷滤点测定法[S].

[2] ASTM D 6371-2017 柴油和加热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）[S].



- [3] 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 fuel - Determination of cold filter plugging point - Stepwise cooling bath method) [S].
- [4] JB/T 11943-2014 自动冷滤点测定器技术条件和测试评价方法[S].
- [5] GB 252-2015 普通柴油[S].
- [6] GB 19147-2016 车用柴油[S].
- [7] JJF 1071-2010 国家计量校准规范编写规则[S].
- [8] JJF 1001-2011 通用计量术语及定义[S].
- [9] JJF 1059.1-2012 测量不确定度评定与表示[S].
- [10] 徐春明, 杨朝合. 石油炼制工程[M]. 北京: 石油工业出版社, 2009: 118-372.
- [11] 郑春玲, 刘忠华, 梁菊. 柴油冷滤点测定的影响因素[J]. 石油库与加油站, 2017, 26(5): 34-35.