

ICS 75.160.20

E31

SH

中华人民共和国石油化工行业标准

SH/T 0248—2006

代替 SH/T 0248-1992

柴油和民用取暖油冷滤点测定法

Diesel and domestic heating fuels—Determination of
cold filter plugging point

2006—05—13 发布

2006—11—01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准修改采用英国能源研究会标准 IP 309/99《柴油和民用取暖油冷滤点测定法》。

本标准根据 IP 309/99 重新起草。

为了适合我国国情，本标准在采用 IP 309/99 时进行了修改。这些技术性差异用垂直单线标识在它们所涉及的条款的页边空白处。本标准与 IP 309/99 的主要差异如下：

- 本标准的引用标准采用我国相应的国家标准。
- 取消了 IP 309/99 中附录 A《温度计技术条件》，改为符合 GB/T 514《石油产品试验用玻璃液体温度计技术条件》中要求的 GB-36 和 GB-37 两支温度计。
- 本标准保留 SH/T 0248-1992《馏分燃料冷滤点测定法》中试样放入冷浴前应使试样温度达到 $30^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 的规定。

为使用方便，本标准还做了如下编辑性修改：

- 取消了 IP 309/99 中关键词章。
- 重复性和再现性的文字表述按我国的习惯进行了修改。

本标准代替 SH/T 0248-1992《馏分燃料冷滤点测定法》，SH/T 0248-1992 参照采用 IP 309/83。

本标准与 SH/T 0248-1992 相比主要变化如下：

- 标准名称改为《柴油和民用取暖油冷滤点测定法》。
- 本标准增加了有关自动仪器的操作步骤及精密度等内容。
- 本标准滤网的网孔尺寸为 $45\ \mu\text{m}$ (330 目)，SH/T 0248-1992 的滤网的网孔尺寸为 363 目。
- 本标准增加取样章节。
- 本标准仪器清洗溶剂为正庚烷和丙酮，SH/T 0248-1992 的清洗溶剂为溶剂油。
- 本标准增加了应使用校正标准物对仪器进行定期校正的规定。
- 本标准取消了 SH/T 0248-92 中对于试样冷滤点为 -3°C 以上样品应放置

在-17℃冷浴中进行冷却的规定，改为试样的起始冷浴温度为-34℃±0.5℃。

——本标准增加试杯插入套管后可以立刻开始试验。

——SH/T 0248-1992 要求必须测定出试样的冷滤点，而本标准要求：“当试样降到-51℃,如果未达到试样的冷滤点,则停止试验并报告结果为-51℃时未堵塞”。

——本标准精密度与 SH/T 0248-1992 的精密度不同。

本标准由中国石油化工集团公司提出。

本标准由中国石油化工股份有限公司石油化工科学研究院归口。

本标准起草单位：中国石油化工股份有限公司石油化工科学研究院。

本标准主要起草人：陈洁、郭涛。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——SH/T 0248-1992。

柴油和民用取暖油冷滤点测定法

1 范围

1.1 本标准规定了使用手动仪器和自动仪器测定柴油和民用取暖油冷滤点的方法。手动仪器和自动仪器均可用于仲裁试验。

1.2 本标准适用于馏分燃料，包括含有流动改进剂或其它添加剂，供柴油发动机和民用取暖装置使用的燃料。

1.3 本标准的测定结果，可用于评估燃料系统中燃料正常流动的最低温度。

注：柴油的冷滤点通常接近于使用中的断油温度，除非对于在燃料供应系统安装了滤纸过滤器的馏分燃料或是燃料的冷滤点低于浊点至少 12℃ 的情况。而民用取暖装置的操作温度通常要求不是很严格，可以在略低于民用取暖油冷滤点试验结果的温度下正常工作。

1.4 本标准涉及某些有危险性的材料、操作和设备，但并未对与此有关的所有安全问题都提出建议。因此，用户在使用本标准之前有必要建立适当的安全和防护措施，并确定相应的管理制度。

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 514 石油产品试验用玻璃液体温度计技术条件

GB/T 4756 石油液体手工取样法 (GB/T 4756-1998, ISO 3170: 1988, EQV)

GB/T 6003.1 金属丝编织网试验筛 (GB/T 6003.1-1997, ISO3310-1:1997, EQV)

3 术语

下列术语和定义适用于本标准。

冷滤点 (CFPP) 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 20mL 试样流过过滤器的时间大于 60s 或试样不能完全流回试杯时的最高温度，以“℃”（按 1℃ 的整数）

表示。

4 方法概要

试样在规定条件下冷却，通过可控的真空装置，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°C ，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60s或不能完全返回到试杯时的温度作为试样的冷滤点。

5 试剂与材料

5.1 正庚烷：分析纯。

5.2 丙酮：分析纯。

5.3 无绒滤纸。

5.4 校正标准物。

6 仪器

6.1 手动仪器

6.1.1 仪器按图1进行装配，详见6.1.2~6.1.14。

6.1.2 试杯：透明玻璃制，平底筒形，内径 $31.5\text{ mm}\pm 0.5\text{ mm}$ ，壁厚 $1.25\text{ mm}\pm 0.25\text{ mm}$ ，高 $120\text{ mm}\pm 5\text{ mm}$ ，在试杯的45mL处有水平刻线。

6.1.3 套管：黄铜制，平底筒形、防水，可用作空气浴。内径 $45\text{ mm}\pm 0.25\text{ mm}$ ，外径 $48\text{ mm}\pm 0.25\text{ mm}$ ，高 $115\text{ mm}\pm 3\text{ mm}$ （见图2）。

6.1.4 保温环：由耐油塑料或其它合适材料制成，放在套管的底部，起保温作用。保温环的外径应与套管内径吻合，厚度为 $6^{+0.3}\text{ mm}$ （见图3）。

6.1.5 定位环（两个）：由耐油塑料或其它合适材料制成，厚约5mm，按图1所示放置，环绕在试杯周围，为套管内的试杯提供保温。定位环必须紧卡住试杯，而又正好放进套管。定位环是不闭合的，应有2mm环形空隙，以适应试杯直径的变化。定位环和保温环可制成一独立体，见图3。

6.1.6 支撑环：由耐油塑料或其它合适的、无吸附性、耐油非金属材料制成，置于冷浴中合适位置垂直、稳定的悬挂在套管之外，且塞子应放在中心位置，详见

图 4。其它满足冷浴要求的支撑环也可使用。

6.1.7 塞子：耐油塑料或其它合适的、无吸附性、耐油非金属材料制成，与试杯和支撑环的装配见图 5。塞子上有三个孔，其中两个孔分别插入吸量管和温度计，另一个孔用于保持系统的压力平衡。当使用高范围温度计时，如需要可在塞子的上部做一凹槽，以便于读取 -30°C 时的温度读数。在安插温度计的塞孔上装入一金属弹簧夹，以固定温度计。

6.1.8 吸量管与过滤器：

6.1.8.1 吸量管：透明玻璃制，在距吸量管（见图 6）底部 $149\text{ mm}\pm 0.5\text{ mm}$ 处应有标记刻线（能容纳 $20\text{ mL}\pm 0.2\text{ mL}$ 体积的试样）。吸量管应与过滤器相连。

6.1.8.2 过滤器（见图 7）：包括下面部件：

(a) 黄铜壳体：带有滤网的螺纹壳体。壳体应与耐油塑料制成的“O”型环相固定。中心管内径为 $4\text{ mm}\pm 0.1\text{ mm}$ ；

(b) 黄铜螺帽：上部分与吸量管连接，下部分与滤网连接，连接要保证无缝隙，详见图 7。

(c) 滤网：直径 15 mm ，平纹编织的不锈钢金属丝编织网，网孔尺寸为 $45\text{ }\mu\text{ m}$ ，金属丝的直径为 $32\text{ }\mu\text{ m}$ ，网孔公差应符合下列要求：

——网孔尺寸超出基本尺寸不得大于 $22\text{ }\mu\text{ m}$ ；

——网孔平均尺寸对基本尺寸的偏差范围不得超出 $\pm 3.1\text{ }\mu\text{ m}$ ；

——网孔尺寸超出基本尺寸 $13\text{ }\mu\text{ m}$ 的网孔数目不得超过网孔总数的 6%。

注：对金属丝编织网的要求可参考 GB/T 6003.1。

(d) 黄铜过滤座：用挡圈将滤网挤压到过滤座的壳内，金属丝编织网暴露部分的直径为 $12.0^{+0.1}\text{ mm}$ （见图 8）；

(e) 黄铜罐：带有外螺纹，此黄铜支脚与“O”型环可旋入黄铜过滤座，底部的末端有四个孔口，以便样品进入过滤器。

6.1.9 温度计：温度计应满足下述要求。

6.1.9.1 高范围温度计（GB/T 514 中 GB-37）：温度范围 $-38^{\circ}\text{C}\sim 50^{\circ}\text{C}$ ，用于测定冷滤点高于 -30°C （含 -30°C ）的样品；

6.1.9.2 低范围温度计（GB/T 514 中 GB-36）：温度范围 $-80^{\circ}\text{C}\sim 20^{\circ}\text{C}$ ，用于测定冷滤点低于 -30°C 的样品；

6.1.9.3 冷浴用温度计：温度范围 $-80^{\circ}\text{C}\sim 20^{\circ}\text{C}$ 。

6.1.10 冷浴

6.1.10.1 任何类型的冷浴均可使用，但应有适宜的形状和尺寸以保证套管能在要求的位置垂直固定。

6.1.10.2 冷浴应配有一个带单孔或多孔的盖子，以放置支撑环，套管可永久地固定在盖子上。

6.1.10.3 通过一套制冷装置或合适的冷却介质，使浴温保持在规定的温度范围内，用搅拌或其它方式的搅动冷却介质，确保冷浴的温度均匀。

表1列出了不同冷滤点使用的冷浴温度。这些温度可通过多个冷浴或调节制冷装置得到。如果仅使用制冷装置，浴温应能保证在2.5min内降到下一温度点。

表1 冷浴温度

预期冷滤点	冷浴需要的温度
高于 -20°C	$-34^{\circ}\text{C}\pm 0.5^{\circ}\text{C}$
$-20^{\circ}\text{C}\sim -35^{\circ}\text{C}$	$-34^{\circ}\text{C}\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ ，然后 $-51^{\circ}\text{C}\pm 1.0^{\circ}\text{C}$
低于 -35°C	$-34^{\circ}\text{C}\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ ，然后 $-51^{\circ}\text{C}\pm 1.0^{\circ}\text{C}$ ，最后 $-67^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$

如果同时将多个套管放在一个大型冷浴中，各套管壁之间的间隔至少为50mm。

6.1.11 三通阀：玻璃制，带直径3mm的双向倾斜孔。

6.1.12 真空源：具有足够压力的真空泵或水泵，以确保在试验过程中真空调节装置中的空气流速为 $15\text{ L/h}\pm 1\text{L/h}$ 。

6.1.13 真空调节装置：由玻璃瓶组成，高度至少为350mm，最少能充满5L水并用塞子密闭，塞子上有三个孔并配有适宜直径的玻璃管。其中有两根短管，插入深度应在水面上方。第三根管内径为 $10\text{ mm}\pm 1\text{mm}$ ，当一端在塞子上方几厘米处时，另一端应保证可插到水面下约200mm处。插入部分的深度应调整到使水位压差计的压差为 $200\text{ mmH}_2\text{O}\pm 1\text{mmH}_2\text{O}$ 。

另一5L空瓶应与真空调节装置水平连接，以便为真空源提供恒定的压力，排列示意图1。

6.1.14 秒表：精度为0.2s或更高，在10min内准确度为0.10%。

6.2 自动仪器

6.2.1 自动仪器应包括符合 6.1.1~6.1.8 的装置，铂电阻温度计、冷浴、真空泵、电子控制和测量装置。

6.2.2 冷浴：制冷装置能保证冷浴温度达到规定的温度（见表 1），且能在 2.5min 内自动达到需要的浴温。

6.2.3 真空泵：有足够的力量确保空气的流速最小为 15 L/h，在试验期间能保持 200mm±1mm 的水位压差。对于多个试验使用同一真空泵，当几个位置同时操作时，应检查空气流速。

7 取样

除非有特殊规定，取样均应根据 GB/T 4756 进行。

8 试样的准备

室温下（温度不能低于 15℃），将 50mL 试样在干燥的无绒滤纸上过滤。

9 仪器的准备

注：手动仪器和自动仪器，均应每年至少校正两次，如有可能应使用有证标准物质。应定期（如每周一次）用已知冷滤点的工作标准物对仪器进行校验。当试验结果的偏差大于标准的重复性，或是出现不正常的质量控制偏离，应对试验做进一步的分析研究。仪器制造商手册应提供指导，确保仪器的正确使用和校准。

9.1 手动仪器

每次试验前，拆开过滤器，用正庚烷清洗连接管、试杯、吸量管和温度计，然后用丙酮冲洗，最后再用经过滤的干燥空气吹干。检查包括套管在内的所有配件是否全部清洁和干燥，检查黄铜壳体、黄铜螺帽和滤网有无损坏。如果需要，应更换新的。并检查温度计的校准情况。

仪器的装配见图 1。黄铜螺帽应拧紧，防止泄露。

9.2 自动仪器

应根据仪器生产厂的说明书调节自动仪器。每次使用前应根据 9.1 条清洗、干燥和检查仪器的各个部分。

注：温度指示器和铂电阻温度计应定期校验（至少每年一次）。

10 试验步骤

10.1 手动仪器

10.1.1 在套管底部放置保温环。

10.1.2 如果定位环没有固定在保温环上，则应在距试杯底部 15mm~75mm 处放置定位环。

10.1.3 将已过滤的 45 mL 试样倒入清洁、干燥的试杯中至刻线处。

10.1.4 将装有温度计、吸量管（已预先与过滤器连接）的塞子塞入盛有 45mL 试样的试杯中，使温度计垂直，温度计底部应离试杯底部 $1.5\text{mm} \pm 0.2\text{mm}$ ，过滤器也应垂直恰好放于试杯底部。如果预期的冷滤点低于 -30°C ，则使用低范围温度计，试验期间不能更换温度计。小心操作确保温度计水银球部分不与试杯的侧面或过滤器相接触。

10.1.5 当试样温度达到 $30^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 时，打开套管口的塞子，将准备好的试杯垂直放入置于已冷却到预定温度冷浴中的套管内，如果套管不能全部放入冷浴中，则套管应垂直放入冷浴中 $85\text{mm} \pm 2\text{mm}$ 处，冷浴温度应保持在 $-34^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 。

10.1.6 将真空系统与吸量管上的三通阀用软管连接好（见图 1）。在进行测定前，不要将吸量管与真空源连接。接通真空源，调节空气流速为 15L/h，U 型管水位压差计应稳定指示压差为 $200\text{mm} \pm 1\text{mm}$ 。

10.1.7 试杯插入套管后立刻开始试验，但如果已知试样的浊点，则最好将试样直接冷却到浊点以上 5°C ，当试样温度达到合适的整数度时，转动三通阀，开始进行试验。试样通过过滤器进入吸量管进行抽吸，同时开始计时。

当试样达到吸量管刻度标记时，停止计时并旋转三通阀到初始的位置，使吸量管与大气相通，试样自然流回试杯。

10.1.8 如果第一次过滤达到吸量管刻度标记的时间超过 60s，放弃本次试验，在一个稍高温度，重复前面的试验。

10.1.9 试样温度每降低 1°C ，重复操作，直到 60s 时试样不能充满吸量管。记录此最后过滤开始时的温度，即为试样的冷滤点。

注：少数样品可能会出现不规律的吸入现象，即试验记录的吸入时间（试样

充满吸量管的时间)意外的缩短了,而继续试验又会出现吸入时间延长,直至达到 60s 极限的情况。

10.1.10 当试样降到 -20°C 时,若还未达到其冷滤点,则应将试杯迅速转移到 $-51^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ 的冷浴中继续试验,或将制冷装置调整到 $-51^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ 。试样温度每降低 1°C ,重复 10.1.7 操作。

10.1.11 当试样降到 -35°C 时,若还未达到其冷滤点,则应将试杯迅速转移到 $-67^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 的冷浴中继续试验,或将制冷装置调整到 $-67^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 。试样温度每降低 1°C ,重复 10.1.7 操作。

当试样降到 -51°C 时,若还未达到试样的冷滤点,则应停止试验并报告结果为“ -51°C 时未堵塞”。

10.1.12 按照 10.1.9、10.1.10 和 10.1.11 冷却后,如果试样充满吸量管刻度标记处时间小于 60s,但在旋转三通阀到初始位置时,吸量管中的液体不能全部自然流回试杯中,则记录本次抽吸开始时的温度为试样的冷滤点。

10.2 自动仪器

10.2.1 调节冷浴温度应为 $-34^{\circ}\text{C}\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 。

10.2.2 将已过滤的 45mL 试样倒入清洁、干燥的试杯中至刻线处。

10.2.3 将保温环和定位环放到套管内的合适位置。

10.2.4 将装有温度计、吸量管(已预先与过滤器接好)的塞子塞入盛有 45mL 试样的试杯中,并确保过滤器放在试杯的底部。

10.2.5 如果需要,将吸量管与真空源再次连接。接通真空源,调节空气流速为 15L/h。开始试验前,检查 U 型管水位压差计应稳定指示压差为 $200\text{mm}\pm 1\text{mm}$ 。

10.2.6 当试样温度达到 $30^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$ 时,将试杯放入装置,立刻打开压力开关。如果已知试样的浊点,则最好将试样直接冷却到浊点以上 5°C 。仪器将自动执行试验步骤,且在适当的温度会自动调节冷浴温度,当试样在 60s 时未达到吸量管刻度标记,或在切断压力下,试样不能完全自然流回试杯中,则记录本次抽吸开始时的温度为试样的冷滤点。

注:少数样品可能会出现不规律的吸入现象,即试验记录的吸入时间(试样充满吸量管的时间)意外的缩短了,而继续试验又会出现吸入时间延长,直至达到 60s 极限的情况。

如果使用的自动冷滤点仪器中未安装下部的光敏元件,则此仪器仅能按手动操作步骤来观察试样未完全自然流回试杯的情况(见 10.1.12),并报告。

11 结果表示

将记录的温度报告为试样的冷滤点(见 10.1.9、10.1.12 和 10.2.6)。

12 精密度

按下列规定判断试验结果的可靠性(95%置信水平)。

12.1 重复性 r

由同一操作者使用同一仪器,在相同的操作条件下,对同一试样进行重复测定,所得两个连续试验结果之差不能超过 1°C 。

12.2 再现性 R

由不同操作者在不同实验室,对同一试样进行测定,所得的两个独立试验结果之差不能超过图 9 的范围。

图 9 的再现性也可用式(1)表示:

$$R=0.103(25-X) \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X ——用于比较的两个试验结果的平均值, $^{\circ}\text{C}$ 。

13 试验报告

试验报告至少包含以下信息:

- 13.1 试样的产品类型和编号;
- 13.2 参照本试验方法;
- 13.3 取样步骤(见第 7 章);
- 13.4 试验结果(见第 11 章);
- 13.5 与试验步骤存在的任何差异(见 10.1.9 和 10.2.6 的注);
- 13.6 试验日期。

单位为毫米

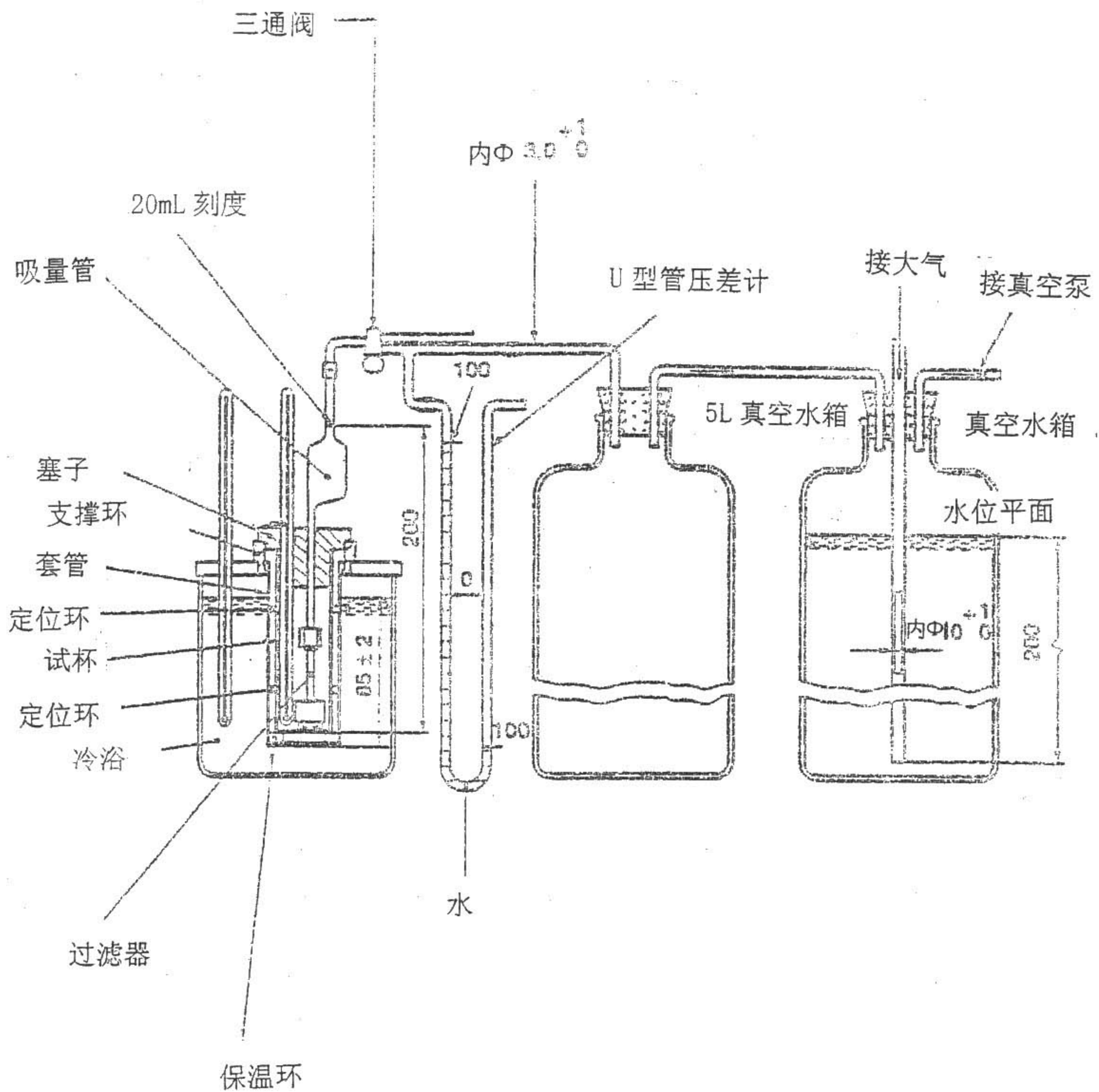


图 1 仪器的组装图

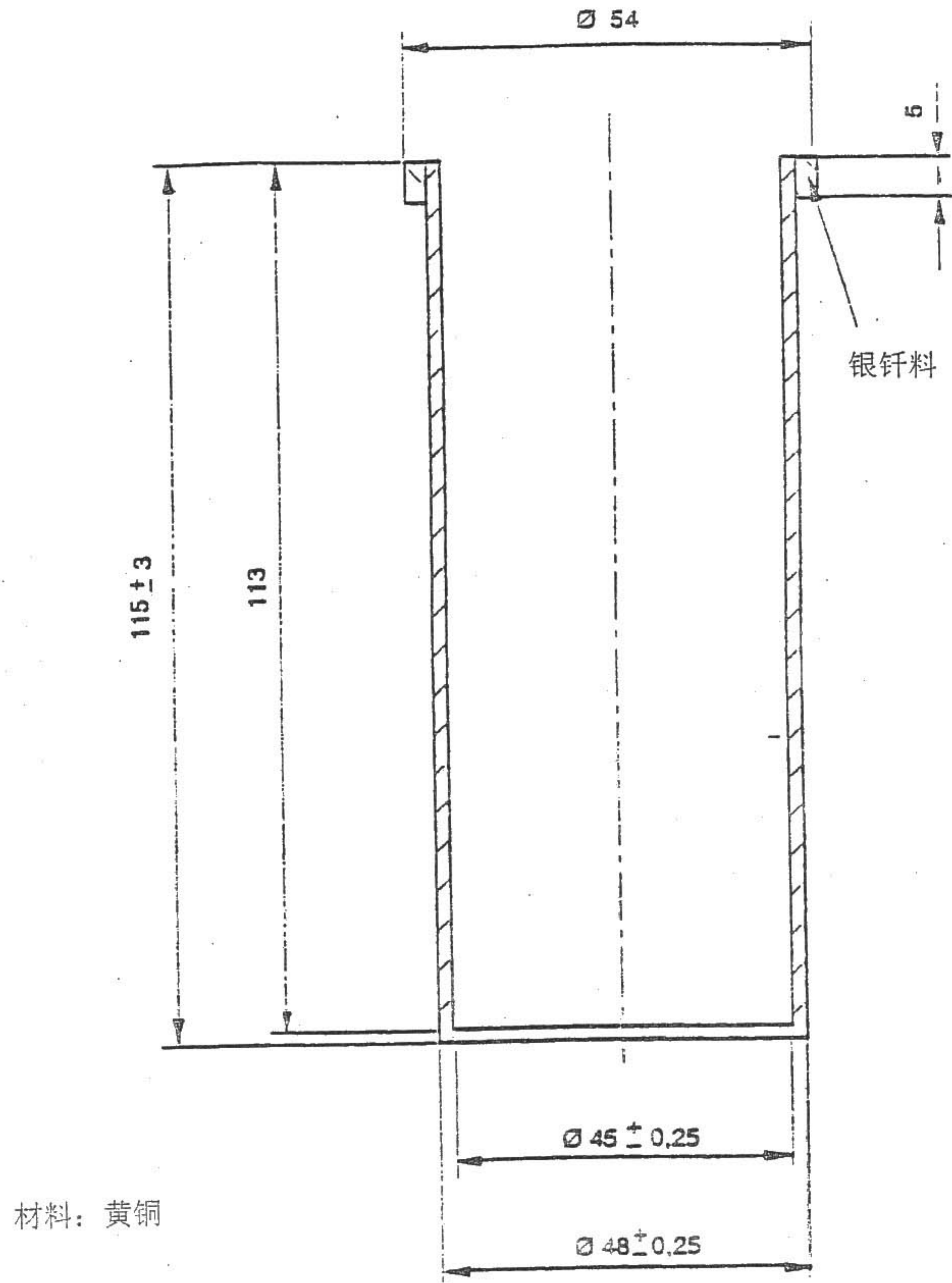
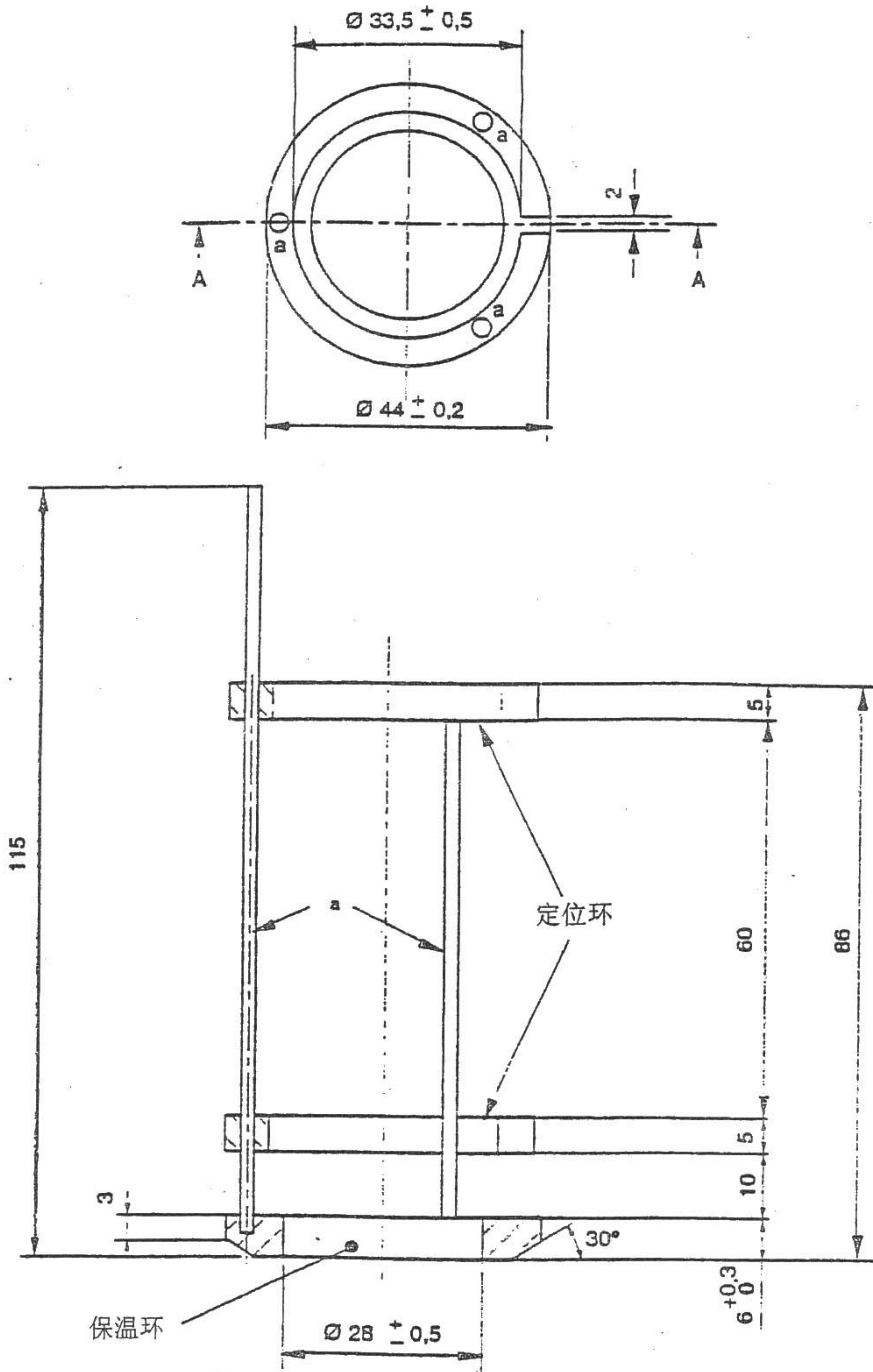


图 2 套管

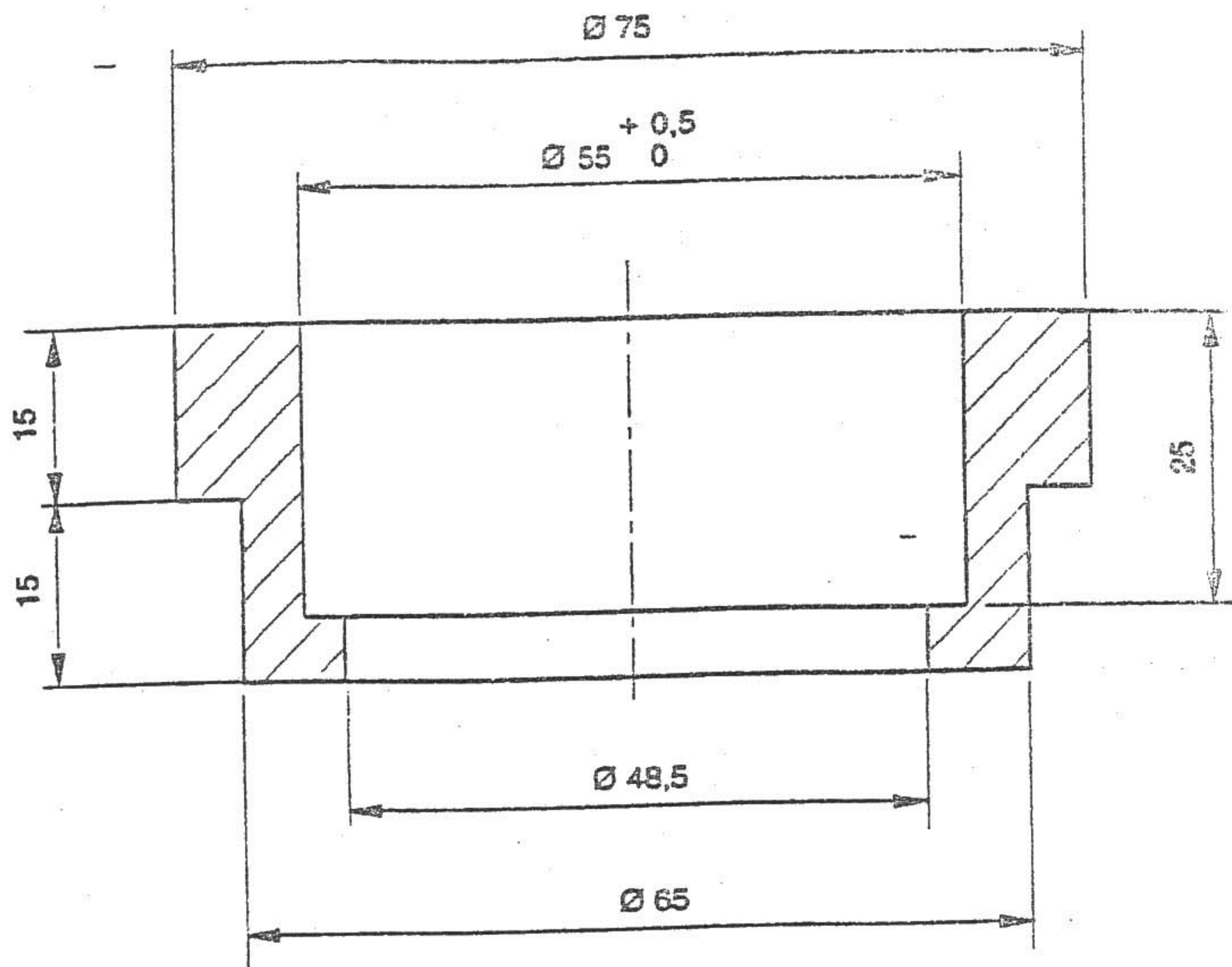
单位为毫米



材料：耐油塑料

(a) $\varnothing 2$ 的不锈钢丝

图 3 保温环和定位环



材料：耐油塑料

图 4 支撑环

单位为毫米

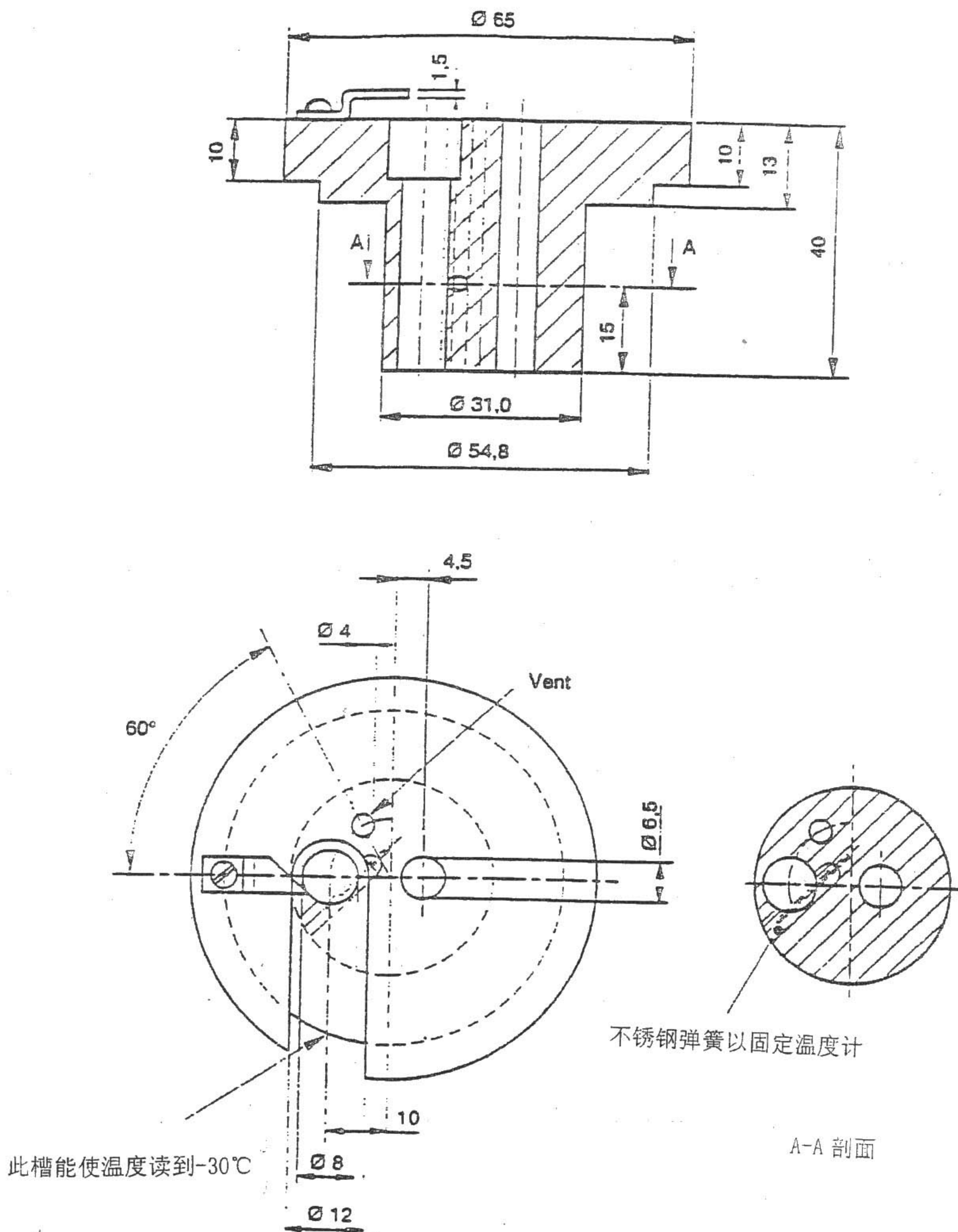
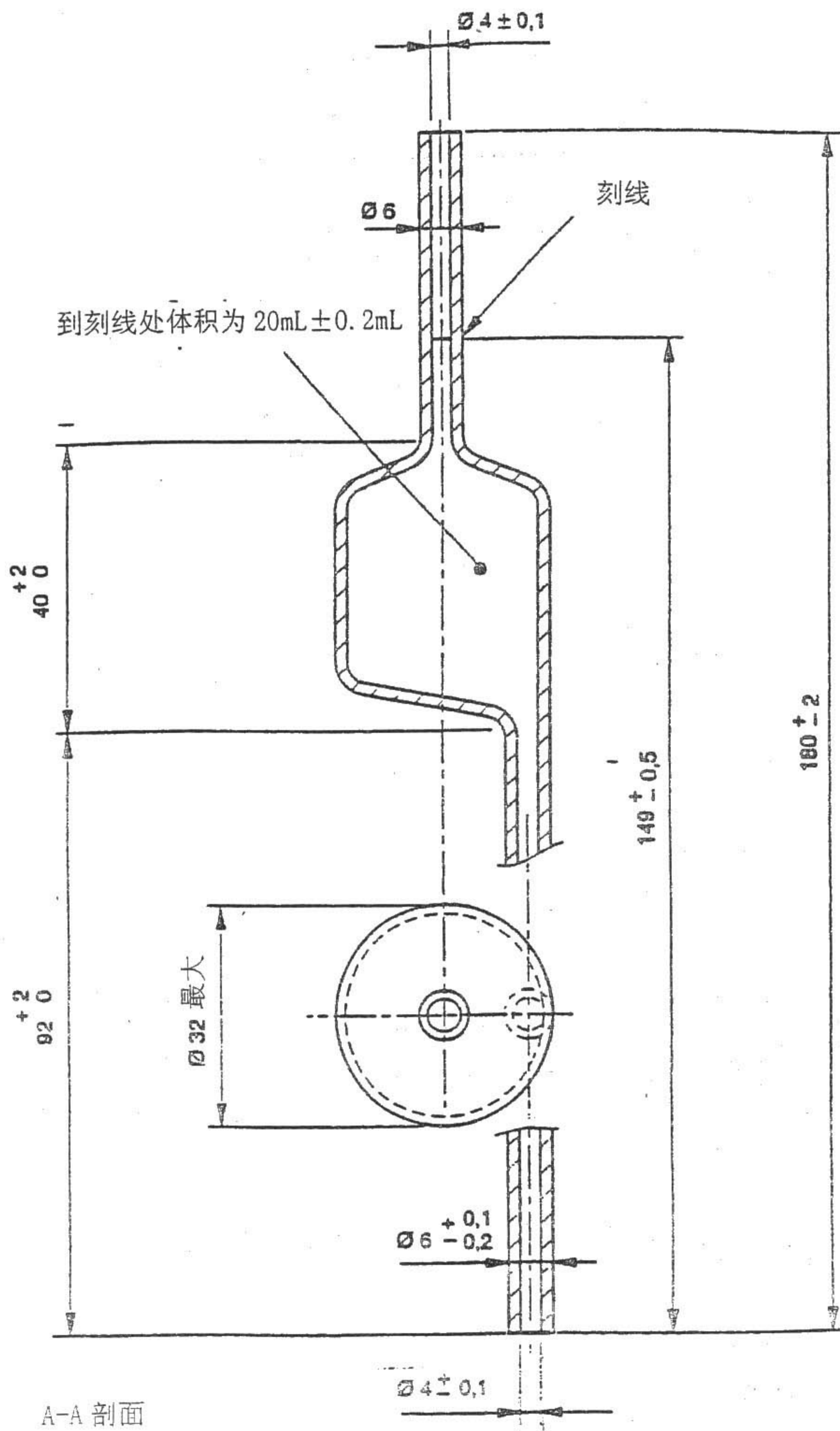


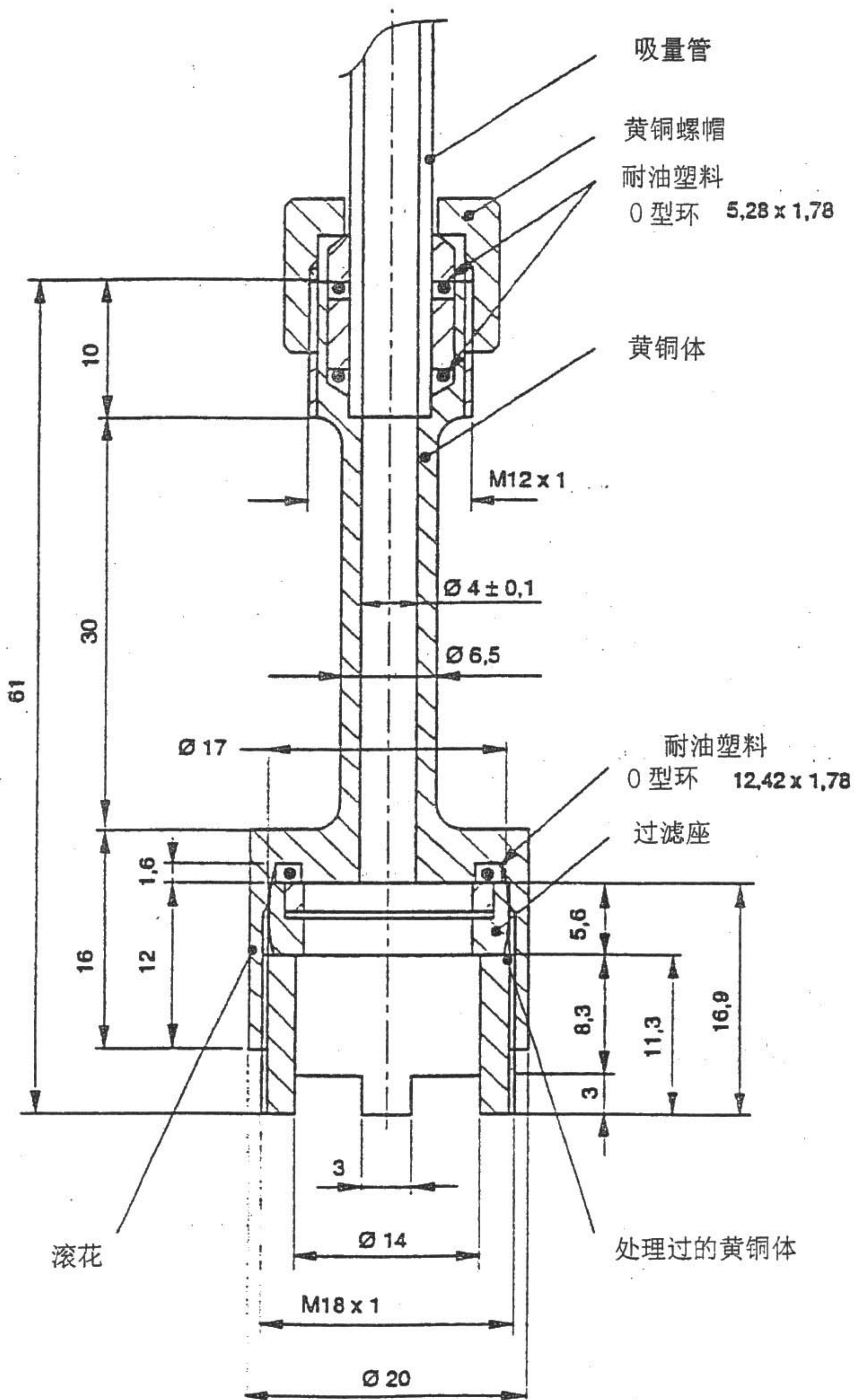
图 5 塞子



4: 透明玻璃

图6 吸量管

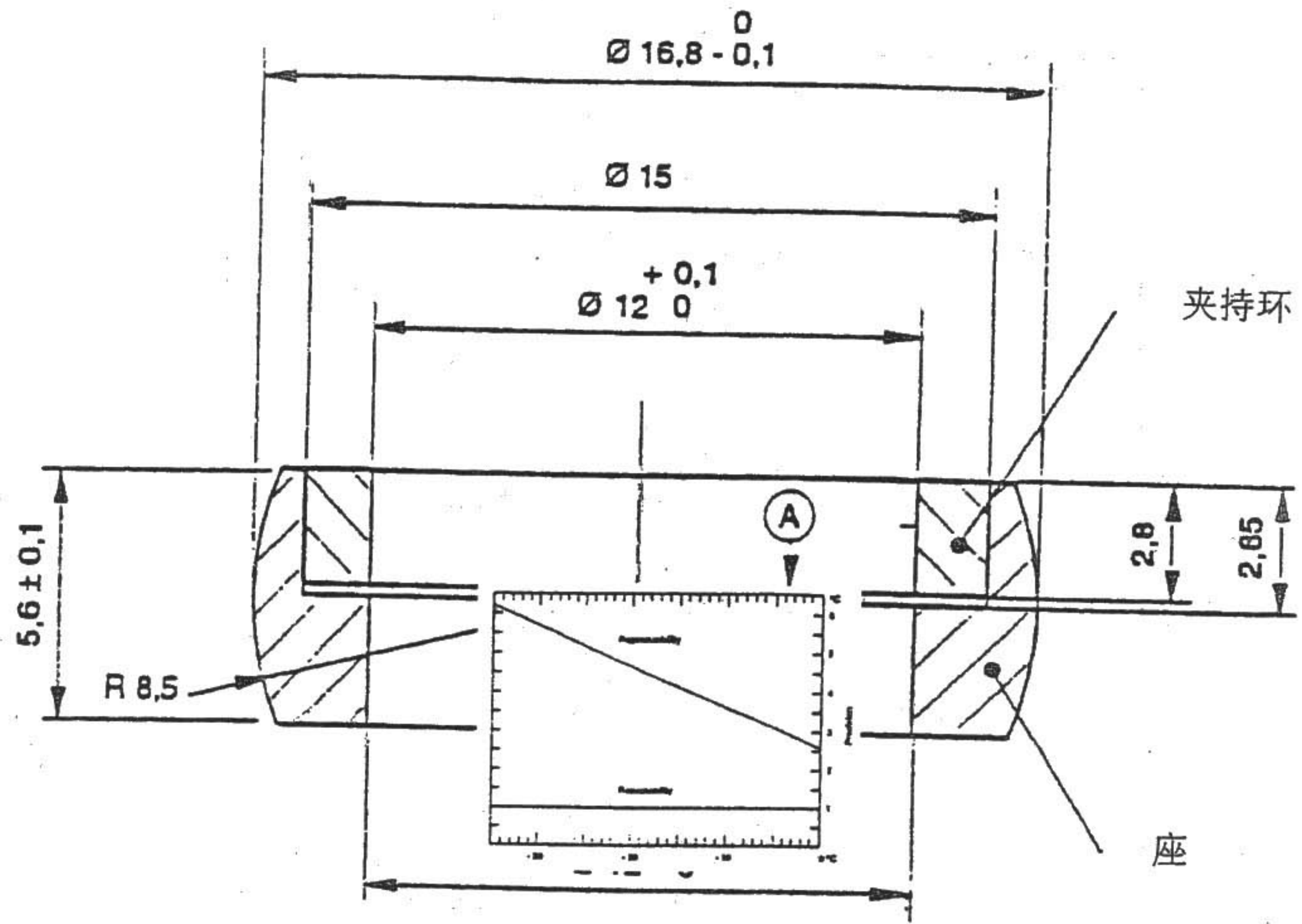
单位为毫米



材料: 黄铜

图7 过滤器

单位为毫米



材料：黄铜

A：不锈钢丝网孔为 $45 \mu m$

图 8 过滤座

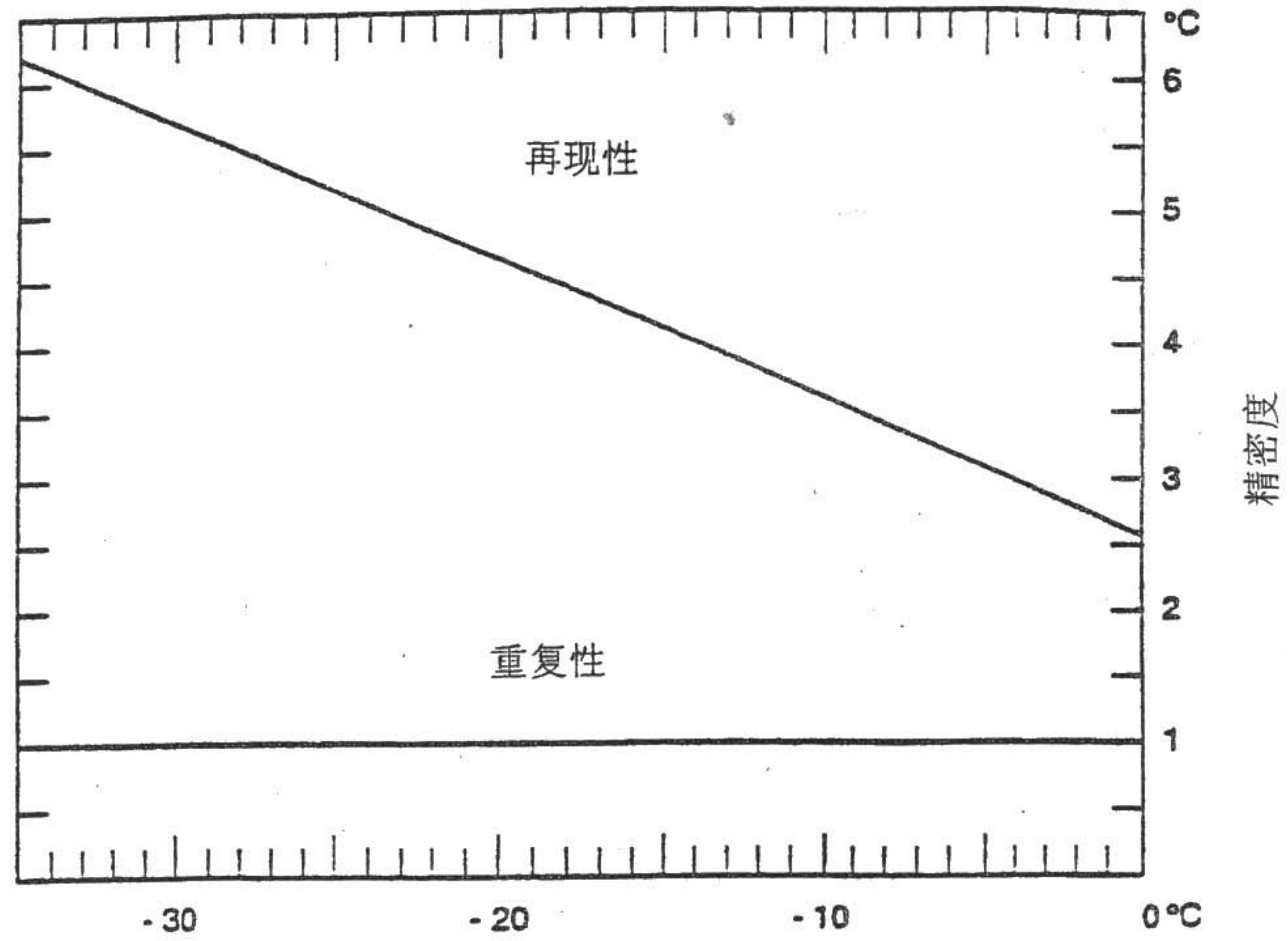


图9 冷滤点的精密度

注：建立此精密度样品的冷滤点温度为不低于-35°C。