1 目的

对硫含量的测量过程进行有效的控制，确保测量数据准确、可靠。

2　适用范围

2.1本规范规定了硫含量测量过程的识别、控制、监视的有关内容。

2.2本规范适用于化验计量部炼油站测定硫含量分析岗位。

3 引用文件

3.1SH/T 0689-2000 轻质烃及发动机燃料和其他油品的总硫含量测定法（紫外荧光法）

4　术语和定义

4.1柴油

 柴油是轻质石油产品，复杂烃类(碳原子数约10～22)混合物，主要由原油蒸馏、催化裂化、热裂化、加氢裂化、石油焦化、柴油加氢等过程生产的柴油馏分调配而成。

4.2汽油

汽油是轻质石油产品，烃类(碳原子数约5～12)混合物，主要由石油炼制得到的直馏汽油组分、催化裂化汽油组分、Zorb汽油组分、焦化汽油组分和高辛烷值组分调和制成。

4.3 硫含量

硫含量是指存在于油品中的硫及其衍生物的含量，通常以mg/kg或质量分数来表示。

5　职责

5.1化验计量中心生产技术科负责组织对硫含量测量过程进行识别，批准识别结果和测量要素的变更，组织对测量过程的实施各环节进行检查。组织对维修/调整后测量设备的计量确认间隔重新进行评审，组织对实施情况的监督检查。

5.2炼油化验站技术组负责本控制规范的起草，对测量过程实施计量确认、有效性确认、测量、监视和验证纠正/预防措施的效果，组织对测量过程进行有效性确认和失控处理，监督检查测量过程的控制情况。

5.3炼油化验站技术组负责填写相关记录、检查测量数据记录情况，对测量过程实施监视核查和监督检查。

5.4技能操作人员参加专业知识培训和考核、严格按控制规范的要求开展测量、监控和结果记录等活动。

1. 测量过程的设计

6.1 测量过程的识别

经识别，硫含量测量过程的控制程度为高度控制。

6.2测量过程的计量要求

6.2.1 测量要求

GB 17930-2016《车用汽油》规定车用汽油（ⅥA/ⅥB）硫含量：≤10 mg/kg；

GB 19147-2016《车用柴油》规定车用柴油(Ⅵ)硫含量：≤10 mg/kg

6.2.2计量要求

测量范围：（0～10 ）mg/kg

重复性：根据SH/T 0689-2000 轻质烃及发动机燃料和其他油品的总硫含量测定法（紫外荧光法）

r=0.1867X0.63

6.3 测量过程的控制要素`

6.3.1测量设备的控制

a）测量设备的配备

设备名称：紫外荧光定硫仪

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 仪器名称 | 生产厂家 | 规格型号 | 备注 |
| 1 | 紫外荧光定硫仪 | 美国安泰克  | VLLS |  |

b）测量设备的计量确认

1）计量确认周期：紫外荧光定硫仪的计量确认周期均为12个月。

2）计量确认过程：对测量设备进行校准后，计量确认人员进行计量验证，将验证结果填写在《计量要求导出和计量验证记录表》，粘贴计量确认标识。

3）测量设备的日常检查维护：对紫外荧光定硫仪燃烧管的检查及更换等项目进行日常维护。

6.3.2测量人员要求

经相应岗位操作培训，取得上岗证书。

6.3.3测量环境要求

测量的环境条件：环境温度：5℃～30℃，环境湿度：≤80%。

6.3.4测量方法和标准

测量按照《SH/T 0689-2000 轻质烃及发动机燃料和其他油品的总硫含量测定法（紫外荧光法）》的要求进行。

6.4 测量过程的有效性确认

6.4.1有效性确认的参加人员

有效性确认工作应由化验工和技术员实施。

6.4.2有效性确认的方法

采用样品比对的方法进行有效性确认。具体操作：用已知硫含量的柴油样，用紫外荧光定硫仪测量，比较两者的误差，判定测量过程有效，并将结果记录在《测量过程有效性确认记录》。

6.5测量过程的监视

6.5.1日常监视：每次测定前，用硫标样（4.38 mg/kg或者7.3 mg/kg）进行测定，测定结果与标样值之差小于允差（0.47 mg/kg或0.65 mg/kg），判定仪器正常。

6.5.2定期核查设备

6.5.2.1 核查的具体步骤

采用标样反标标准曲线。用2~3种不同浓度的硫含量的标样进行测定，将其测定值与标样值进行比较，测定结果与标样的差值不超过r，说明标准曲线可以继续使用，并确保仪器始终处于受控状态。

如果标样测定值超差，需要重新做标准曲线。标准曲线超过一年需重新建立。

6.5.2.2 核查间隔

一般情况下，核查间隔为6个月。但当核查设备出现以下情况时，需进行附加核查：

1）设备出现故障修复后；

2）周期校准后发现示值的校准状态变动较大；

3）对检测数据产生怀疑。

6.5.2.3 核查监视记录

核查监视记录见《期间核查记录》

6.6测量过程失控的处理

6.6.1当对硫含量测量过程实施监视时发现数据异常时，应立即停止检测，当班人员应尽快通知技术人员，由技术人员查找失控原因。

6.6.2硫含量仪器重新投用前，技术人员和化验工使用硫标样进行确认仪器的有效性。

6.6.3 当测量过程的失控是由测量设备失准造成，需要在计量失控设备上粘贴“停用“标识，防止错误使用。

6.7 测量过程的记录

6.7.1记录的包括：“计量检定/校准证书”及第8部分相关记录的内容。

6.7.2记录的管理

6.7.2.1 表格、文件的归档：在测量过程产生的测量记录和过程管理记录由炼油站自行保管，必要时，复印一份给测量管理责任部门归档保存。

6.7.2.3 记录的保存期

炼油站技术员负责各类检定、测量记录的收集整理，妥善保存三~五年。

7　支持性文件

7.1《天津石化公司计量确认过程管理办法》

8 相关记录

8.1 计量要求导出和计量验证记录表

8.2 测量过程有效确认记录

8.3 期间核查原始记录

8.4期间核查记录

9　附加说明

本规范由化验计量部生产技术科提出，由技术质量部归口。

本规范起草部门：化验计量部炼油化验站

本规范起草人：胡晓环 王璐

本规范审核人：朱卓斌魏文学

本规范批准人：陈雪非

本规范解释权归技术质量部。

附录A：**硫含量**测量过程控制规范流程

**开始**

计量要求导出

测量设备控制

测量人员要求

测量环境影响因素的识别和控制

测量方法和标准

测量过程的监视

测量过程失控的处理

测量过程的检查

**结束**

测量过程识别