

**中国石油宁夏石化公司**

**测量过程控制规范**

定量包装测量过程

文件编号：NH/DC/21/011-2022

**编写：**

**审核：**

**批准：**

|  |  |
| --- | --- |
| **2022-01-10发布** | **2022-1-14实施** |

**宁夏石化公司 发布**

**定量包装测量过程控制规范**

**1 目的**

识别公司定量包装测量过程，规范定量包装测量过程的控制和监视，确保测量结果持续准确、可靠，以满足顾客的计量要求。

**2 范围**

本规范规定了公司定量包装测量过程控制的识别、控制、监视的有关内容。

本规范适用于炼油厂聚丙烯、化肥厂尿素定量包装测量过程控制和监视。

**3 引用文件**

3.1 JJG 564-2019 《重力式装料秤》检定规程

3.2 GB/T 4091 常规控制图

3.3 JJF 1070-2005 定量包装商品净含量计量检验规则

3.4 《定量包装商品计量监督管理办法》（2005年75号公告）

3.5 《宁夏石化公司计量管理规定》

**4 术语和定义**

**4.1 尿素**

由氨和二氧化碳合成制得的农业用（肥料）尿素和工业用尿素，分子式CO(NH2)2 。

**4.2 聚丙烯树脂**

以丙烯和添加剂为原料，经Spheripol-Ⅱ代聚丙烯工艺技术制得的颗粒状聚丙烯树脂（Q30G、S30S、S30G、T30G、X30G、C30G、F30G、Z30G、X30S、C30S、F30S、NX40S、NX60S、NX80G）。

**4.3 重力式自动装料衡器（定量自动衡器）**

把散状物料分成预定的且实际上恒定质量的装料，并将装料装入容器的自动衡器。

**4.4 测量过程**

是指确定“量值”的一组操作，“量值”一般由一个数乘以测量单位所表示的特定量的大小。

**4.5 定量包装测量过程**

按一定的重量对尿素、聚丙烯产品进行称重计量和装袋的控制过程。

**4.6 计量要求**

是顾客根据相应的生产过程规定的测量要求转化为对测量设备和测量过程计量特性的要求。计量要求可表示为最大允许误差、允许不确定度、稳定性、分辨力、测量范围、准确度、环境条件或操作者技能要求等。

**4.7 使用中检验**

为检查衡器的检定标记或检定证书是否有效、保护标记是否损坏、检定后衡器是否遭到明显改动，以及其误差是否超过使用中最大允许误差所进行的一种检查。

**5 职责**

5.1 计量部负责本控制规范的审核；负责组织对定量包装测量过程进行识别；批准识别结果和测量要素的变更；组织对测量设备的计量确认间隔进行评审；组织对测量过程实施情况进行监督检查；保存《定量包装测量过程控制规范》文件。

5.2 炼油三部和化肥一部负责组织本控制规范的编写与实施，对测量过程实施计量确认、有效性确认、控制和监视，验证纠正/预防措施的效果，组织对测量过程失控处理，监督检查测量过程的控制情况。

5.3 相关车间负责填写相关记录、检查测量数据记录情况，对测量过程实施监视核查。对测量异常情况进行分析，采取必要的纠正措施。收集测量过程信息，并汇总到相关管理部门。保存本部门所有测量设备校准验证、检定验证的记录。

5.4 计量部检定班负责检斤电子秤的日常维护和期间核查工作，并做好相关记录。

5.5 岗位操作人员参加专业知识培训和考核，严格按本控制规范的要求开展测量、监视、统计分析和结果记录，并妥善保存记录。

**6 管理内容和方法**

**6.1 测量过程的识别**

经识别，定量包装实际含量属商品量，其定量包装测量过程控制程度为高度控制。本规范选取被测产品（聚丙烯、尿素）称重测量过程为关键测量点。二级单位定量包装和测量管理相关人员确定控制要求。

**6.2测量过程的计量要求**

根据《定量包装商品计量监督管理办法》（2005年75号公告）规定的单件定量包装商品的实际含量应当准确反映其标注净含量，标注净含量与实际含量之差不得大于1%，批量定量包装商品的平均实际含量应当大于或者等于其标注净含量。定量包装商品净含量期间核查结果的扩展不确定度不应超过0.2T（T：允许短缺量），其置信水平为95%。

导出测量过程的计量要求：

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 品名 | 标注净含量 | 测量要求 | 编织袋重量 | 计量要求 | | |
| 测量范围 | 允差 | 容差 |
| 聚丙烯 | 25kg | 25kg |  | （10～30）kg | 250g | 0.083kg |
| 尿素 | 40kg | 40kg | 145g | （30～50）kg | 400g | 0.133kg |
| 50kg | 50kg | 168g | （40～60）kg | 500g | 0.166kg |

**公司内部控制指标：**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 品名 | 标注净含量 | 测量要求 | 控制指标 |
| 聚丙烯 | 25kg | 25kg | （25±0.150）kg |
| 尿素 | 40kg | 40kg | （40±0.100）kg |
| 50kg | 50kg | （50±0.100）kg |

**6.3 测量过程的控制要素**

**6.3.1 测量设备的控制**

**6.3.1.1**配备测量设备的计量特性

公司出厂产品尿素和聚丙烯定量包装均配备了全自动电子定量包装秤，并配备率检斤电子台秤。

测量范围：(0～60)kg

准确度等级：0.2%，在测量50kg点时的最大误差是0.12kg；不确定度为0.14kg。

**6.3.1.2** 电子定量包装秤

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 测量设备名称 | 测量设备 | | | |
| 规格型号 | 出厂编号 | 生产厂家 | 备注 |
| 1 | 1#线自动定量包装机A/B秤 | CJD-50 | 122021E | 无锡力马化工机械有限公司 | 化肥一部 |
| 2 | 2#线自动定量包装机A/B秤 | 122021D |
| 3 | 3#线自动定量包装机A/B秤 | 122021C |
| 4 | 4#线自动定量包装机A/B秤 | 122021F |
| 5 | 5#线自动定量包装机A/B秤 | 122021H |
| 6 | 6#线自动定量包装机A/B秤 | 122021A |
| 7 | 7#线自动定量包装机A/B秤 | 122021G |
| 8 | 8#线自动定量包装机A/B秤 | 122021B |
| 9 | A线包装秤 | LCS-25-DL | CE10112-WCLBA-A | 哈尔滨博实自动化设备有限公司 | 炼油三部 |
| 10 | B线包装秤 | CE10112-WCLBA-B |

**6.3.2 测量设备的计量确认**

6.3.2.1 计量确认周期：根据JJG 564-2019 《重力式装料秤》检定规程规定，其检定周期为12个月。

6.3.2.2 计量确认过程：对定量自动包装秤进行检定后，依据宁夏石化公司计量管理规定，计量确认人员采用*Mcp*法进行计量验证，将验证结果填写在《计量确认过程验证记录》，并更新《测量过程及控制一览表》和《测量设备计量确认明细表》，粘贴计量确认标识。将以上记录经审核上报。

**6.3.3 测量设备的使用和维护**

测量设备的日常检查维护：定量自动包装秤的进料闸门、排料闸门检查、计量秤控制器零点的检查等日常运行监督由包装岗位操作员负责，当发现定量自动包装秤异常时，操作员通知维护人员对定量包装秤进行检查，修复后的包装秤经比对或检定确认合格后，方可使用。

**6.3.4 测量人员要求**

6.3.4.1 岗位操作人员必须熟悉定量包装秤的基本原理、使用方法及测量过程控制要求，持有上岗证, 方能进行独立操作。

6.3.4.2 操作人员须参加与岗位有关的专业知识培训、考核。计量确认人员应经上级有关部门培训授权。

6.3.4.3 操作人员应严格按6.3.6规定的测量方法和标准的要求实施测量。

6.3.4.4 新进员工须进行上岗培训，经考试合格后方能进行独立操作。

**6.3.5 测量环境要求**

测量的环境条件：-30℃～60℃；相对湿度≤85%的范围内（不结露）；

工作电源：AC 220V±10%

**6.3.6测量方法和标准**

6.3.6.1 包装操作依据：Q/SY NH 0304-2021化肥一部尿素包装操作规程》。

Q/SY NH 0304-2021《10万吨/年聚丙烯操作规程》。

自动定量包装机使用说明书。

6.3.6.2 检定依据：JJG 564-2019《重力式装料秤》检定规程进行。

6.3.6.3 期间核查依据本规范进行。

**6.3.7 其他影响因素的控制**

6.3.7.1 影响定量包装测量的因素主要有：包装线包装速度、电子秤振动、电子秤进料闸门开度等。

6.3.7.2 采取控制方法主要有：严格控制包装线的运行速度保证匀速包装、减小电子秤的振动、正确调整电子秤进料闸门开度等。

6.3.7.3 气源压力不低于0.5MPa，夹袋开关、料门气缸动作正常。

**6.4测量过程的有效性确认**

6.4.1 测量不确定度的评定

测量不确定度的评定计算见附录1。

6.4.2有效性确认的参加人员

有效性确认工作应由操作人员、技术员、计量管理人员一同进行。

6.4.3有效性确认的方法

本测量过程中采用已知量值的标准砝码(聚丙烯定量包装秤采用1个M1等20 kg和1个M1等5 kg工作标准砝码；尿素定量包装秤采用2个M1等25 kg工作标准砝码）进行参数检测来作比对测试，得到一个期望值并与已知量值比较，判定测量过程是否有效。

本规范所规定使用的工作标准砝码应妥善保管，质量稳定，无生锈和残缺，并检定合格在有效期内。

**6.5 测量过程的控制和监视**

**6.5.1日常监视方法：**

6.5.1.1 采用JJF 1070-2005《定量包装商品净含量计量检验规则》规定的方法。

6.5.1.2 根据国家计量相关要求，选择抽查尿素重量的电子台秤作为过程核查标准，复检秤的精度等级要求应等于或高于包装秤的等级，且经检定合格并在有效期内。选择抽查尿素重量的电子台秤作为过程核查标准，其最大称量为60kg，分度值为0.02kg，经检定合格并在有效期内。

6.5.1.3 定量包装机包装后，利用核查标准（配备的自动复检电子台秤）对定量包装物用抽样的方法进行评定。

**6.5.2 核查标准的校准**

6.5.2.1 核查标准由宁夏计质院检定人员按规定进行定期检定。

6.5.2.2 核查标准的相邻两次校准的时间间隔以国家检定规程12个月进行，如发现疑问及时进行检定。

6.5.2.3 每次核查时用标准砝码对电子台秤进行校准。

**6.5.3 测量过程的监视**

6.5.3.1核查标准：

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 测量设备名称 | 测量设备 | | | |
| 规格型号 | 出厂编号 | 生产厂家 | 备注 |
| 1 | 1#、2#线复检台秤 | TCS-60 | C201284154 | 梅特勒-托利多（常州）设备系统有限公司 | 质检中心 |
| 2 | 3#、4#线复检台秤 | TCS-60 | C201284155 |
| 3 | 5#、6#线复检台秤 | TCS-60 | C150182923 |
| 4 | 7#、8#线复检台秤 | TCS-60 | C150182924 |
| 5 | 站台复检台秤 | TCS-60 | C150182921 |
| 6 | A线电子复检秤 | FCS-25 | CE10112-CFJBD-A | 哈尔滨博实自动化设备有限公司 | 炼油三部 |
| 7 | B线电子复检秤 | CE10112-CFJBD-B |

6.5.3.2核查的具体步骤

a）以核查设备连续测定*n*=10包产品为一组数据，取*m*=20组，记录测试结果；见附表1

b）计算每组测试结果的平均值和极差。

将测试结果按测试的先后顺序排列，分别计算每组的极差R、平均值（）和整体的平均值（）、整体极差平均值()。见附表2

c）绘制极差(R)控制图。根据GB/T 4091《常规控制图》规定公式分别计算极差控制图的控制限，其中上控制限：(查表得知D4=1.777)，控制中心线：CLR=，下控制限：(查表得知D3=0.223)。绘制极差控制图，按e）规则检查数据点是否超出控制限或排列有无异常的模式或趋势，同时查明失控和异常的原因，制定纠正或纠正措施，以防止它再次出现。剔除异常的点，然后重新计算控制限并绘制控制图，直至极差控制图没有出现超出控制限的点且点子排列正常。

d）绘制平均值（）控制图。根据GB/T 4091《常规控制图》规定公式分别计算平均值（）的控制限，其中上控制限：，控制中心线：CL=，下控制限：(查表得知A2=0.308)。绘制平均值制图，按e）规则检查数据点是否超出控制限或排列有无异常的模式或趋势，如有进行剔除，重新计算直至平均值控制图没有出现超出控制限的点而且点子排列正常后，判定控制图处于稳定受控状态。

e）控制图判异的规则。根据GB/T 4091《常规控制图》规定有以下情况之一判断有异常的模式或趋势：

1）1点落在控制线外；

2）连续9点落在中心线同一侧；

3）连续6点递增或递减（趋势）；

4）连续14点中相邻点上下交替；

5）连续3点中有2点落在中心线同一侧的2σ区以外（即点接近控制限）；

6）连续5点中有4点落在中心线同一侧的1σ区以外；

7）连续15点在1σ区中心线上下（即点过多集中在控制限附近）；

8）连续8点落在中心线两侧，但无一点在σ区内

f）按规定的核查间隔，用核查设备测定10包产品，测定结果的平均值作为一个单值打点在已绘好-R控制图上，如未出现e）情况时，表明测量过程受控，否则测量过程失控。

g）测量过程中的人员、设备关键部件、设备的操作参数发生变化时，控制图必须以上步骤重新绘制。

6.5.3.3核查间隔

一般情况下，核查间隔为1个月。但当定量自动包装秤出现以下情况时，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（如两个周期变动大于5%）；

3）对检测数据产生怀疑。

6.5.3.4 核查监视记录

-R控制图应记录在“高度控制测量过程参数统计分析记录。

**6.6 测量过程失控的处理**

6.6.1对定量包装秤日常监视的方法或期间核查时，当发现出现10包产品的平均值净重小于25kg或单袋计量正偏差超出0.4%或超出负偏差（-0.4%）件数大于1之一种情况时，应立即停止测量，车间组织查找失控原因、制定纠正/预防措施。

6.6.2纠正措施完成后，责任部门计量主管领导负责组织对纠正/预防措施的效果进行验证。

6.6.3当测量过程的失控是由测量设备失准造成，责任部门提请计量主管部门对维修/调整后测量设备的计量确认间隔重新进行评审，再经计量确认合格后才能投入使用。

**6.7测量过程的变更**

当定量包装测量过程的控制要素发生变更，责任部门应及时提出变更申请，填写“测量过程识别/变更表”，经机动处、计量部审核，批准后，变更《测量过程及控制一览表》、《测量设备确认明细表》相关内容，重新进行计量验证，绘制控制图对变更后定量包装测量过程实施监视。

**6.8测量过程的检查**

6.8.1 责任部门依据“定量包装测量过程控制项目检查表”对测量实施过程相关的各种要素进行检查，并妥善保存记录。

6.8.2机动处、计量部负责通过专业检查、内部审核等方式组织对测量过程的实施、控制情况、控制效果等各环节进行检查。

**6.9测量过程的记录**

6.9.1记录的包括：“定量包装产品抽检记录”、“计量检定证书”及第8条相关记录的内容。

6.9.2记录的管理

6.9.2.1表格、文件的归档：本规范由车间、设备工程部、计量部各保管一份，在测量过程产生的测量记录和过程管理记录由车间自行保管，必要时，复印一份给测量管理责任部门归档保存。

6.9.2.3记录的保存期

车间技术员负责各类检定、测量记录的收集整理，妥善保存。“定量包装产品抽检记录”保存一年，测量过程涉及的“高度控制测量过程参数统计分析记录”、“测量过程识别/变更表”、“测量不确定度报告”等应长期保存。

6.9.2.4只有被授权的人员才允许产生、修改、出具和删改记录。

**7支持性文件**

《测量过程管理程序》

**8相关记录**

8.1测量过程识别/变更表

8.2测量过程及控制一览表

8.3测量不确定度测量范围及方法

8.4测量设备计量确认明细表

8.5计量确认过程验证记录表

8.6测量过程有效性确认记录

8.7高度控制测量过程的控制监视策略建议

8.8聚丙烯定量包装测量过程控制项目检查表

8.9定量包装商品实际含量计量抽检原始记录

**9附加说明**

本规范由计量部组织编制，宁夏石化相关部门遵照执行。在下次修订、发布前一直有效。

本规范起草人：王杰

本规范审核人：王炯、耿建平

本规范批准人：周国民

本规范解释权归计量部。

**10附录**

10.1 聚丙烯定量包装测量不确定度评定报告

10.2 分析用控制图

10.3 控制用控制图

附录1

聚丙烯定量包装测量不确定度评定报告

1 概要

1.1 目的

依据聚丙烯《10万吨/年聚丙烯装置工艺操作规程》，评估聚丙烯定量包装测量不确定度。

1.2 被测量数据模型

m＝m示+E ……………………………………（1）

式中：

m—实际质量，kg；

m示—质量的示值，kg；

E—定量自动包装秤的校准修正值，kg。

E=m砝-(I+0.5e-△m砝+△Es+△Eg) ………………………（2）

式中：

E—定量包装秤的校准修正值；

m砝—标准砝码的质量；

I—定量自动包装秤显示值；

e—检定分度值；

△m砝—附加砝码；

△Es—检定重复性误差；

△Eg—电源电压变化引进的误差。

1.3 不确定度来源识别

聚丙烯定量包装测量的不确定度来源分析见图1

定量包装秤的校准修正值

检定

质量的示值

质量重复测定

包装秤的操作

包装秤最小读数

聚丙烯定量包装的质量m

测量环境

图1 聚丙烯定量包装测量的不确定度来源因果图

2 不确定度分量的定量

根据公式（1）的数学模型，得出其不确定分量：

 ………………………（3）

式中：

—聚丙烯定量包装测量不确定度；

—质量示值的测量不确定度；

*u*(*E*)—修正值的测量不确定度。

根据公式（2）的数学模型，得出修正值的测量不确定度分量：

………………………（4）

式中：

*u*(*E*)—定量包装秤的校准修正值测量不确定度；

*u*(*m*砝)—标准砝码的质量测量不确定度；

*u*(△*m*砝)—附加砝码测量不确定度；

*u*(△*E*s)—检定重复性误差测量不确定度；

*u*(△*E*g)—电源电压变化引进的测量不确定度。

标准砝码和附加砝码两项相同，可以合并

 ………………………（5）

2.1 不确定度来源分析

根据公式（3）得知聚丙烯定量包装测量不确定度应是质量示值的测量不确定度和定量包装秤的校准修正值测量不确定度的合成。而质量示值的测量不确定度应考虑重复测量的不确定度分量和定量包装秤的最小分度产生的不确定度分量。根据公式（5）得知定量包装秤的校准修正值测量不确定度应考虑标准砝码的质量测量不确定度、测量重复性误差测量不确定度、偏载误差测量不确定度、电源电压变化引进的测量不确定度分量。

2.1.1 质量的示值测量不确定度

a）重复测量的不确定度分量

表1 聚丙烯定量包装10次测定结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 测量次数 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 |
| 质量，kg | 25.15 | 25.14 | 25.15 | 25.14 | 25.14 | 25.15 | 25.14 | 25.15 | 25.14 | 25.14 |

10次测定结果的平均值：25.14kg

由贝赛尔公式求得单次测量标准



*u*(m重)=*S*（*m*）/=1.6g

b）定量包装秤的最小分度的不确定度分量

测量过程使用的定量包装秤．其最小分度为0.01kg，假设呈矩形分布：



式中：

—定量包装秤的最小分度产生的不确定度分量；

*d*—最小分度。

c）质量的示值测量不确定度

=6.0g

2.1.2 定量包装秤的校准修正值测量不确定度

a）检定重复性引起的不确定度

按照《数字指示称》检定规程要求，定量包装秤应在最大秤量点进行重复性试验，用50kg砝码经过在最大秤量点进行10次重复性试验，得到示值如下：50.01；50.00；50.02；49.99；

50.00；50.01；50.01；50.00；50.01；49.99取以上10次数据的算术平均值=50.00kg

计算实验标准偏差为： 9.2g (N=10)



(N=10)

b）衡量仪器的显示分辨率引起的测量不确定度

电源电压在规定的条件下变化可能会造成示值变化0.2*e*(*e*-分度值)，即10g，假设呈矩形分布：。



c）砝码引起测量不确定度

砝码引起测量不确定度应包括标准砝码的质量测量不确定度*u*(*m*砝)和附加砝码测量不确定度*u*(△*m*砝)；

10kg的M1等砝码最大扩展不确定度 *u*=0.087g 包含因子*k*=3,单个砝码不确定度：



而5个砝码的不确定度u(m)应为：

*u*(*m*)=*u*(*m*砝)+*u*(△*m*砝)=*u*(*m*1)×=0.029×=0.065g

d）定量包装秤的校准修正值测量不确定度





2.1.3 合成标准不确定度

=8.8 g

根据以上计算得出了各不确定度分量数值及其不确定度分量具体见表2。

表2 聚丙烯定量包装测量的各不确定度

|  |  |
| --- | --- |
| 项 目 | 标准不确定度 |
| 质量的示值测量不确定度 [] | 6.0g |
| 重复测量的不确定度分量[*u*(*m*重)] | 1.6g |
| 定量包装秤的最小分度产生的不确定度分量 [] | 5.8g |
| 定量包装秤的校准修正值测量不确定度 [*u*(*E*)] | 6.6g |
| 检定重复性误差测量不确定度 [*u*(△*E*s)] | 2.9g |
| 衡量仪器的显示分辨率的测量不确定度 [*u*(*d*)] | 5.8g |
| 标准砝码的质量测量不确定度 [*u*(*m*砝)] | 0.065g |
| 合成标准不确定度 [] | 8.8g |

3 计算扩展不确定度

取包含因子*k*＝2，则扩展不确定度为

*U*=*k*×=2×8.8=17.6g≈20g

4 聚丙烯定量包装测定结果

*m*=（25.14±0.02）kg（包含因子，置信概率95％）