**稀硝氧化炉中部热点温度测量过程控制规范**

审批：束伟忠

审核：吴美华

编制：季红娟

煤化工部

1、目的

对27万吨稀硝氧化炉中部热点温度测量过程进行有效的控制，使温度测量满足生产工艺控制要求，确保稀硝生产安全。

2、适用范围

本规范规定了南化公司27万吨稀硝氧化炉中部热点温度测量过程控制的有关内容。

本规范适用于南化公司27万吨稀硝氧化炉中部热点温度测量过程。

3、引用文件

3.1 《石油化工自动化仪表选型设计规范》（SH 3005）

3.2 《常规控制图》（GB/T 17989.2-2020）

4、术语和定义

4.1 测量过程是指确定“量值”的操作，“量值”一般由一个数乘以测量单位所表示的特定量的大小。

4.2 温度测量过程是指用测量设备对被测物料的温度进行确认“量值”的操作和监视。

4.3 计量要求是用户根据相应的生产过程规定的测量要求。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。

5、职责

5.1 煤化工部负责组织对稀硝氧化炉中部热点温度测量过程进行识别，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。

5.2 生产技术部负责提供测量过程识别和控制要求的技术指导，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。

5.3 煤化工部负责本控制规范的起草，对测量过程进行识别，导出计量要求，实施计量确认，进行监视和验证，对失控的测量过程采取有效的纠正或预防措施，监督检查测量过程的控制情况。

5.4 煤化工部的技术人员负责填写相关记录、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。

5.5 硝酸岗位的操作人员负责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。

6、 管理内容和方法

6.1 测量过程的识别

6.1.1 生产技术部组织检维修部仪表分部、煤化工部相关人员对稀硝氧化炉中部热点温度测量过程的控制程度识别为高度控制，并组织确定控制要求。同时组织测量管理方面技术人员对测量过程的识别和控制要求的确定提供技术指导。

6.1.2 煤化工部的技术人员负责将识别出的内容填入“测量过程控制一览表”中，并报生产技术部。

6.2 测量过程的设计

6.2.1 测量过程的计量要求

6.2.1.1 测量要求

生产工艺要求将氧化炉中部热点温度控制在（820～880）℃，为此，该温度的测量过程的测量要求：（820～880）℃。

6.2.1.2 计量要求

根据生产工艺的测量要求，导出该测量过程的计量要求，测量范围：（820～880）℃,最大测量允许误差±5℃。

6.2.2 测量过程的控制要素

6.2.2.1 测量设备的控制

a）测量设备的配备

设备名称：温度变送器；

生产单位：HONEYWELL；

型号规格：STT25H-0-ENS-000-S00-00C-00-3S；

位号TISA-31127A；

测量范围：(0～1100)℃；

准确度等级：1级。

b）测量设备的计量确认

1）计量确认周期：按照南化公司测量管理规定，该测量设备按高度关注过程测量设备管理，根据公司ABC分类目录，按B级计量器具管理，管理周期随装置大修执行，因此计量确认周期也随装置大修进行。

2）计量确认过程：检维修部对温度变送器校准后，运行部计量确认人员根据校准记录填写“计量确认过程验证记录表”，更新“计量确认明细表”，粘贴计量确认标识。

3）测量设备的日常检查维护：工艺人员按要求定时监控TISA-31127A的显示数值，并定期与其它热点温度点进行比对，发现显示异常，出现显示明显偏差或波动，联系仪表人员处理。仪表人员定期对温度变送器进行校准，按管理规定对仪表进行巡检和维护，发现问题24小时内完成处理。

6.2.2.2 测量人员要求

a）作为班组内操人员必须熟悉硝酸工艺操作，通过培训，持有上岗证,合格后方能进行独立操作。内操岗位职责要求内操必须24小时监视DCS控制系统，精心操作，对生产波动及时调整，稳定生产，并按时记录数据。

b）内操人员须参加与岗位有关的专业知识培训和考核。

c）内操人员应严格按6.2.2.4规定的测量方法和标准的要求实施测量。

6.2.2.3 测量环境要求

测量环境温度：常温。

6.2.2.4 测量方法和标准

氧化炉中部热点温度测量主要由内操人员按照工艺技术规程、岗位操作法，不定时在DCS上监控画面上查看温度显示数值，24小时监控TISA-31127A的情况，并每1小时翻看一次画面确认数据在正常范围内。并与其它温度点作比对，发现显示异常，出现显示明显偏差或波动，联系仪表人员处理。

6.2.2.5 其他影响因素的控制

a）氧化炉中部热点温度测量的因素主要有：工艺操作、氨空比等。

b）采取控制方法主要有：调整工艺操作条件变化稳定操作条件，控制氨空比。

6.2.2.6 结果报告方式

内操人员将氧化炉中部热点温度测量数据记录在稀硝内操报表上，每小时记录一次。装置兼职计量员再定期检查，并每月对一组记录数据进行分析。

6.3 测量过程的有效性确认

6.3.1 测量不确定度的评定

工艺人员与仪表人员一起对测量过程进行评定，由工艺人员填写“测量过程不确定度评价”。

6.3.2 效性确认的参加人员

有效性确认工作应由仪表人员、装置技术人员一起参加。

6.3.3 效性确认的方法

采用校准方法进行有效性确认。具体操作：检维修人员对温度变送器进行校准，根据校准的误差，验证测量设备的误差是否满足测量过程最大允许误差的要求，当满足时即为确认有效，填写“测量过称有效性确认记录”、“计量确认过程验证记录”和“变送器校准记录”

6.4 测量过程的监视

6.4.1 氧化炉中部热点温度测量过程监视的意义

利用核查设备，采用统计技术，对全部要素按规定的程序和时间间隔实施，从中发现测量过程是否发生变异，从而查找问题的根源，采取措施予以纠正。

6.4.2 监视控制方案

a）确定核查设备

b）采集20组核查设备和测量设备的数值

c）绘制单值-移动极差控制图

d）控制图判稳

e）日常核查

6.4.3 监视的方法

6.4.3.1 核查设备：热点其它温度表。

6.4.3.2 监视的具体步骤

a）核查的方法：与同热点温度表参考进行在线对比的方法。

b）在平稳操作时，同时采集核查设备和测量设备的测量数据20组，计算每组中核查设备和测量设备的测量数据绝对偏差；

c）计算绝对偏差的平均值和移动极差。将绝对偏差按测试的先后顺序排列，分别计算移动极差、单值（绝对偏差）平均值（‾x）、移动极差平均值(‾R）。

d）绘制移动极差(R)控制图。根据GB/T 4091《常规控制图》规定公式分别计算移动极差控制图的 控制限，其中上控制限:UCLR=D4‾R(查表得知D4=3.27)，中心线：CLR=‾R，下控制限:LCLR=D3‾R (查表得知D3=0)。绘制移动极差控制图，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，直至移动极差控制图没有出现超出控制限的点，且点子排列正常。

e）绘制单值（X）控制图。根据GB/T 4091《常规控制图》规定公式分别计算单值（X）的控制限，其中上控制限：UCLX=‾X+E2‾R，中心线：CLX=‾X，下控制限:LCLX=‾X-E2‾R (查表得知E2=2.66)。绘制单值控制图，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，如有进行剔除，重新计算直至单值控制图没有出现超出控制限的点，且点子排列正常后，判定控制图处于 稳定受控状态。

f）控制图判断异常的规则。根据GB/T4091《常规控制图》规定有以下情况之一，判断为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；

g）按规定的核查间隔，测定核查标准(6.4.3.1)的温度值，测定结果作为一个单值打点在已绘好X-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。

h）测量过程中的设备、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。

6.4.3.3 核查间隔

一般情况下，核查间隔为1个月。但当温度变送器出现以下情况时，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）对测量数据产生怀疑。

6.4.3.4 监视记录

记录监控数据绘制X-R控制图，每次核查后应及时填写记录。

6.5 测量过程失控的处理

当内操人员发现DCS上TISA-31127A参数显示异常，出现偏差或波动时联系仪表维保人员检查处理。

6.6 测量过程的检查

6.6.1 装置兼职计量员对测量实施过程相关的各种要素每季度进行监督检查，并妥善保存记录。

6.6.2 生产技术部负责通过专业检查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。并负责通过内部审核等方式组织对过程的实施情况进行监督检查。

6.7 测量过程的记录

6.7.1 文件的归档：本规范由煤化工部保管一份，在测量过程产生的相关记录由煤化工部自行保管，必要时，复印一份给测量管理责任部门归档保存。

6.7.2 核查的原始记录、高度控制测量过程参数统计分析记录和X-R控制图记录每年年底收集、整理装订成册。

6.7.3 记录的保存期：由硝酸装置指定专人负责各类记录的收集整理，妥善保存。

6.7.4 具有上岗证或经授权的人员才允许产生、修改、出具和删改记录；不得随意涂改。属电脑打印的记录需操作人员签名确认。

7、支持性文件

无

8、相关记录

8.1 测量过程监视记录

8.2 氧化炉数据

8.3 温度控制图