九江萍钢钢铁有限公司企业标准

|  |  |
| --- | --- |
| |  | | --- | | 记录编号：CG/08.008 |   **pH仪测量过程控制规范**  2019-12-10发布  2019-12-11实施  九江萍钢钢铁有限公司  发布 |

**水质浊度测量过程控制规范**

2020-12-10发布

2020-12-11 实施

九江萍钢钢铁有限公司  发布

目  次

[前言 II](#_Toc479240725)

[1　范围 1](#_Toc479240726)

[2　规范性引用文件 1](#_Toc479240727)

[3　术语和定义 1](#_Toc479240728)

[3.1　测量过程 1](#_Toc479240729)

[3.2　标准溶液测量过程 1](#_Toc479240730)

[3.3　计量要求 1](#_Toc479240731)

[4　职责分工 1](#_Toc479240732)

[5　工作程序 2](#_Toc479240735)

[5.1　测量过程的识别 2](#_Toc479240736)

[5.2　测量过程设计 2](#_Toc479240737)

[5.3　测量过程的控制 2](#_Toc479240738)

[6　附录 5](#_Toc479240739)

**前****言**

为有效规避九江萍钢钢铁有限公司水质浊度测量过程失准带来的风险，确保九江萍钢钢铁有限公司水质浊度测量过程在要求的控制限值之内并持续满足预期计量要求，结合测量过程实际，特修订本规范。

本规范是指导相关人员和岗位进行测量过程策划、设计、不确定度评定、确认、实施、控制、记录并确保测量结果准确可靠的技术法规性文件。

本规范由九江萍钢钢铁有限公司检测部提出并归口。

本规范起草单位：九江萍钢钢铁有限公司检测部

本规范主要起草人：宋婷婷

标准化初审人：徐建

本规范审核人：易珊

本规范审定人：彭一

本规范批准人：穆旭超

**水质浊度测量过程控制规范**

1 范围

本规范主要规定了九江萍钢钢铁有限公司水质浊度测量过程设计和控制的职责分工、测量过程的识别、测量过程的设计、测量过程操作人员的要求、测量过程的控制要素和控制方法、测量过程测量不确定度的评定、测量过程的验证（测量过程性能评价）、不合格测量过程的处理、测量过程涉及的记录等要求。

本规范适用于九江萍钢钢铁有限公司水质浊度测量过程的设计和控制。

2 规范性引用文件

下列文件对于本规范的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本规范。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本规范。

GBT 13200-91 水质 浊度的测定

JJF 1059.1 测量不确定度评定和表示

JJF 1135 化学分析测量不确定度评定

3 术语和定义

3.1 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。

3.2 标准溶液测量过程

是指用测量设备对被测产品的浓度进行确认“量值”的操作和监视。

3.3 计量要求

顾客的计量要求是顾客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。

4 职责

负责水质浊度测量过程控制规范的归口管理。

负责测量过程控制的计量管理工作。

负责测量设备的检定工作

负责测量过程的识别以及控制规范的编写和核查实施工作。

负责对测量控制过程的实施进行监督检查。

保存《水质浊度测量过程设计和控制规范》文件和监督检查的相关记录。

5工作程序

5.1测量过程的识别

经识别，水质浊度测量过程控制程度为高度控制，本规范选取被测水质浊度测量过程为关键测量点。

5.2测量过程设计

5.2.1计量要求导出

5.2.1.1检测要求

最大允许误差：±10%（1～1000）NTU

5.2.1.2 现场设备的计量要求

最大允许误差：±3.3%（1～1000）NTU

5.3测量过程的控制

5.3.1测量设备的配备

浊度仪：±2.5%（1～1000）NTU

5.3.2计量确认间隔

浊度仪校准周期为一年。

5.3.3测量过程操作人员的相关要求

5.3.3.1 浊度仪的使用人员必须了解其基本原理及使用方法。

5.3.3.2 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。

5.3.4环境要求

温度控5～30℃，相对湿度＜80%RH。

5.3.5测量方法

按照《GBT 13200-91 水质 浊度的测定》对水质浊度测量进行测定。

5.3.6测量不确定度的评定：

5.3.6.1建立数学模型

根据《JJF1059.1-2012测量不确定度评定度和表示》和《GBT 13200 水质 浊度的测定》

 T=Tm－Ts

式中：T—浊度仪的示值误差

Tm —浊度标准溶液测量平均值

Ts —浊度标准溶液理论值

5.3.6.2标准不确定度评定

5.3.6.2.1被检仪器测量重复性引入的A类不确定度；

5.3.6.2.2仪器分辨力引入的B类不确定度；

5.3.6.2.3浊度标准溶液定值不确定度引入的B类不确定度；

5.3.6.2.4配制20NTU标准溶液用的容量瓶引入的B类不确定度；

5.3.6.2.5配制20NTU标准溶液用的移液管引入的B类不确定度；

5.3.6.3合成不确定度评定



5.3.6.4扩展不确定度的评定：取包含因子2，则扩展不确定度U=2×urel。

5.3.6.5不确定度报告。

5.3.7测量过程的验证

5.3.7.1对测量过程中使用的测量设备填写《测量过程有效性确认记录》。

5.3.7.2测量过程有效性确认和性能评价。

在测量过程不确定度评定结束后，对整个水质浊度测量过程的有效性进行确认，并在《测量不确定度评定记录》中“确认人”一栏填写姓名。

5.3.8测量过程的实施和控制方案

5.3.8.1测量过程控制的意义

为了充分保证水质浊度测量过程满足顾客的计量要求，保证测量过程在要求的不确定度限制之内，防止出现错误，进而保障测量系统正常可靠运行。

5.3.8.2测量原理

依据光度测定原理设计，将显色好的溶液倒入测量杯，仪器就可显示被测成分的浓度值。仪器由测量杯和主机两大部分组成。

仪器测定一组标准溶液的显色液的吸光度后，微机系统根据标准溶液的浓度和对应的吸光度值，采用最小二乘法，拟合出一个浓度计算方程式：C=a＋b×△A＋c×△A

C—样品浓度；

a—截距；错误！未指定书签。

b—斜率；

c—二次系数 ；

ΔA—吸光度差值，即有色溶液吸光度值减去高纯水的吸光度值 。

当测定未知试样时，仪器将所测吸光度代入方程式计算，并显示出结果。

5.3.9 测量过程的检查

对测量实施过程实施统计过程绘制过程控制图，实施统计过程分析，控制图在合格判定线内，则测量过程受控。

5.3.10 记录

5.3.10.1 记录的范围

记录的主要内容包括规范中用到的记录表和第三方出具的计量检定证书。

5.3.10.2记录的管理

5.3.10.2.1 检测部保存本规范文件一份。

5.3.10.2.2 在过程现场产生的记录由该岗位自行保管。

5.3.10.2 记录的保存期

5.3.10.2.1检定、校准记录保存3年。

6附录

6.1 附录A 测量不确定度评定记录

6.2 附录B 测量过程有效性确认记录

6.3附录C 测量过程计量要求导出记录

**附录A**

**测量不确定度评定记录**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **测量过程名称** | 水质浊度测量过程 | **测量过程使用单位** | 检测部化验室 |
| **测量设备名称** | 浊度仪 | | |
| **评定人** | 宋婷婷 | **评定日期** | 2020年10月28日 |

1 测量过程描述：

1.1 用GBW（E）120125（4000NTU）的浊度标准物质，用纯水按比例准确稀释浊度标准物质，获得100NTU浊度值的浊度标准溶液，待检仪器调零后，重复测量所配制的浊度标准溶液，获得示值误差。

2 数学模型：

T=Tm－Ts

式中：T—浊度仪的示值误差

Tm —浊度标准溶液测量平均值

Ts —浊度标准溶液理论值

3 标准不确定度的来源：

3.1 被检仪器测量重复性引入的不确定度分量u1

3.2 仪器分辨率引入的分量u2

3.3 浊度标准溶液定值不确定度引入的不确定度分量u3

3.4 配制20NTU标准溶液用的容量瓶引入的不确定度分量u4

3.5 配制20NTU标准溶液用的移液管引入的不确定度分量u5

4 不确定度分析及计算

4.1 测量不确定度的A类评定：重复性测定产生的A类不确定度，相同条件下对配制好的溶液平行测试10次，结果如下表：

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 次数 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 |
| 测量值 | 101.3 | 102.5 | 101.9 | 101.6 | 103.1 | 102.7 | 103.2 | 102.5 | 103.9 | 102.8 |
| 平均值 | 102.6 | | | | | | | | | |
| 标准偏差 | 0.78 | | | | | | | | | |

由于实际测量时取3次测量的平均值作为测量结果，故测量重复性引起的不确定度为：



4.2 B类不确定度的评定。

4.2.1 本次所使用的浊度仪的分辨率为0.01NTU，其区间半宽为0.005NTU，按均匀分布处理则，则浊度仪分辨率引入的不确定度为：



4.2.3 标准溶液证书给出浊度标准溶液定值扩展不确定度为3%，k=2，则由标准物质引入不确定度为：



4.2.4 配制100NTU标准溶液用的100ml容量瓶容量允差为±0.10ml，按矩形分布考虑，则容量瓶引入的测量不确定度为：



设当容量瓶容量每变化x（ml）时引起的浊度值变化为y（NTU），

则y＝20×100/（100+ x）－20＝－20 x/（100+ x）；

由于x远小于100，

则y＝－20x/（100+ x）≈－1/5 x,故100ml容量瓶引入的不确定度为：



4.2.5 5mlA级移液管允差为±0.025ml，按矩形分布考虑，则5ml移液管引入的标准不确定度为：



设当移液管每变化x（ml）时引起的浊度值变化为y（NTU），

则有y=20/5x=4x，故A级5ml移液管引起的不确定为：



4.3 合成标准不确定度

4.4 扩展不确定度

取包含因子*k*=2，扩展不确定度为：

Urel=k×=2×1.57=3.14NTU，k=2。

4.5 测量结果不确定度的报告与表示：U=3.14NTU，k=2。

**附录B**

**测量过程有效性确认记录**

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 测量过程 | 水质浊度测量过程 | 所在单位 | | | 检测部 | |
| 关键测量点类别 | 质量控制 | 车间 | | | 化验室 | |
| 测量设备计量确认情况 | | | | | | |
| 测量设备名称 | 测量设备编号 | 测量范围 | | | | 计量确认状态 |
| 浊度仪 | 20110928 | 0～1000NTU | | | | √符合 □不符合 |
|  |  |  | | | |  |
| 测量过程有效性确认情况 | | | | | | |
| 确认项目 | | 实际情况 | | | | |
| 测量程序 | | √符合 □不符合 | | | | |
| 测量环境 | | √符合 □不符合 | | | | |
| 测量人员 | | √符合 □不符合 | | | | |
| 测量过程核查监测数据记录 | | | | | | |
| 1、测量程序：  《GBT 13200-91 水质 浊度的测定》  2、测量环境：  温度23.0℃，湿度53.0%RH  3、测量人员：  具备化学分析专业中级及以上技能等级证书。  4、重复性试验数据分析  依据《GBT 13200-91 水质 浊度的测定》，使用浊度仪对同一样品进行重复测定10次，测定结果分别为101.3、102.5、101.9、101.6、103.1、102.7、103.2、102.5、103.9、102.8，测定结果平均值为102.5，最大值和最小值之差为2.6，符合《GBT 13200-91 水质 浊度的测定》中的要求。 | | | | | | |
| 测量过程管理状态 | √ 合格 □ 不合格 | | | | | |
| 确认人： | 柳敏 | | 日期： | 2020年10月28日 | | |

**附录C**

**测量过程计量要求导出记录**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **测量过程名称** | 水质浊度测量过程 | **测量过程使用单位** | 检测部化验室 |
| **导出日期** | 2020年10月28日 | **导出人** | 柳敏 |
| **1.测量过程控制要求及依据：**  《GBT 13200-91 水质 浊度的测定》   1. **检测要求：**   2.1测量范围：1～1000NTU  2.2最大允许误差：±10%（1～1000NTU）  2.3环境条件：温度：（5～30）℃，相对湿度＜80%RH。  **3.导出测量过程的计量要求：**  3.1测量范围：1～1000NTU  3.2导出最大允许误差：±10%×1/3＝±3.3%（1～1000NTU）  3.3环境条件：环境温度（5～30）℃，相对湿度＜80%  **4.现场配备的测量设备：**   |  |  |  |  |  |  | | --- | --- | --- | --- | --- | --- | |  | 测量设备名称 | 规格型号 | 测量范围 | 最大允许误差 | 分辨率 | | 应配 | 浊度仪 | / | (1～1000)NTU | ±3.3% | 0.01 NTU | | 实配 | 浊度仪 | BT-2002 | (1～1000)NTU | ±2.5% | 0.01 NTU | | | | |