

如何正确使用常规控制图对 化工用热电偶检定进行质量控制

黄 丹 罗利平 (山西潞安检测检验中心有限责任公司, 山西 长治 046204)

摘 要: 热电偶作为常用测温元件, 其测试温度的准确性直接关乎化工企业温度监控是否有效, 生产过程是否出现超温等安全隐患。标准铂铑 10- 铂热电偶作为温度检定标准计量器具, 结果的有效性是判断量值传递是否准确的关键。本文探讨常规控制图在标准铂铑 10- 铂热电偶质量控制中的应用。

关键词: 热电偶; 质量控制; 常规控制图

0 引言

热电偶作为常用测温元件, 种类可划分为镍铬-镍硅热电偶、铂铑-铂热电偶、镍铬-考铜热电偶等, 其测试温度的准确性直接关乎化工企业温度监控是否有效, 生产过程是否出现超温等安全隐患。标准铂铑 10- 铂热电偶作为测量工作用热电偶的标准计量器具, 在 419.527~1084.62℃ 温区进行量值传递, 如何对标准铂铑 10- 铂热电偶进行质量控制, 保证由其检定/校准的数据准确可靠是本文研究重点。

控制图法能直观地将数据趋势反映出来, 是实验室在实施质量控制和期间核查采用的主要方法之一, 但在实际应用中并没有充分考虑参考值和上下限是否合理及数据关联性问题, 易导致过程失控而未察觉的情况。GB/T 4091-2001 中规定的常规控制图应用统计原理将数据的趋势及过程的变差反映出来, 更好的指导生产, 改进过程。

1 常规控制图原理及类型

常规控制图也叫休哈特控制图, 其过程预防策略, 有别于传统的质量控制, 能够在避免浪费、不生产无用产品的情况下, 对失控现象作出预警。常规控制图认为过程存在两种变异, 偶然原因引起的变异即随机变异, 始终存在, 不易识别, 若变异仅有偶然原因引起, 则过程处于统计控制状态, 一旦这种变差确定下来, 对此水平的任何偏差都假定由可加以消除的异常原因引起的。

如图 1 所示, CL 线为中心线, 也叫基准线。A、B、C 将控制图分成了 6 个区域, 每个区域的宽度为 $1\sigma/\sqrt{n}$ 。 σ 是在重复测量中按不可预见方式变化的测量误差的分量, 其大小反映数据的离散程度, 用实验标准偏差估计值表征, $\sigma/\sqrt{n}$ 为重复性引入的 A 类标准不确定度。UNL 与 CNL 为正常界限的上下限, 位于中心线 3σ 处, UCL 与 LCL 为控制界限的上下限, 位于中心线 $3\sigma/\sqrt{n}$ 处, 两者的区别在于正常界限没有考虑中心极限定理 (所有数据服从正态分布或者 T 分布), 而控制界限考虑了, 因控制界限引入的不确定度大, 故其宽度大于正常界限。

在建立控制图时, 我们使用的是控制界限。

$3\sigma/\sqrt{n}$ 控制限表明若过程受控, 则大约有 99.7% 的数据将落在控制限内, 若描点超过控制限, 表明出现了异常原因, 需要采取有效措施加以消除, 因此 $3\sigma/\sqrt{n}$ 控制限也称“行动限”。为了降低出现异常原因导致失控的成本, 在常规控制图中也可以设置 $2\sigma/\sqrt{n}$ “警戒限”, 作为所有可能失控状态即将来临警示信号。

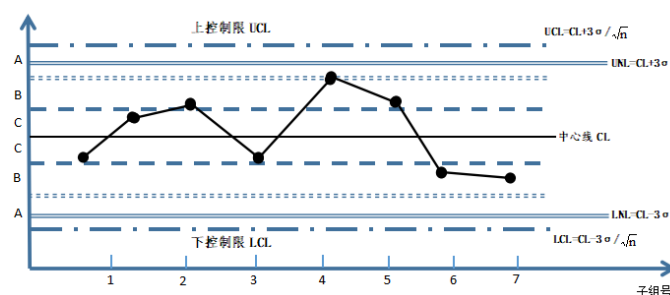


图 1 常规控制图示意图

在收集预备数据, 建立控制图时, 必须保证过程处于统计控制状态, 因为过程一旦失控, 异常因素的引入将导致控制限间距增大, 出现过程失控却未察觉的错误判断。

常规控制图一般有以下几种类型: 考察产品的特性值, 为计量控制图, 分别是均值与极差图 ($\bar{X}-R$ 图); 中位数与极差图 (Me-R 图); 单值图与移动极差图。考察每个个体是否具有某种特性, 为计数控制图, 分别是不合格品数控制图; 不合格品率控制图和单位缺陷控制图等。其中计量控制图对离散程度和位置同时分析, 故需成对绘制极差图和位置图。单值图与移动极差图适用于检测昂贵或破坏性试验, 无法复现数据的场合。中位数与极差图是均值与极差图的一种代替, 是用中位数代替了均值, 因此在三种计量控制图中以 $\bar{X}-R$ 图适用广, 最为常见。

2 以标准铂铑 10- 铂热电偶质量控制为例讨论 $\bar{X}-R$ 的应用

标准铂铑 10- 铂热电偶具有准确度高, 物理、化学

性能良好，在高温下具有良好的抗氧化性能，热电动势值具有良好的稳定性和复现性的特点，本次质量控制以标准铂铑 10- 铂热电偶为质控对象，参照 JJG75-1995 《标准铂铑 10- 铂热电偶》检定规程中 6 条款的规定，选取一支不经常使用的同等级的标准铂铑 10- 铂热电偶为核查标准，测量其在铜点（1084.62℃）的热电动势值。

具体实施过程：在规定的环境条件下（温度：18℃～22℃，相对湿度＜75%），将质控对象和核查标准捆扎放入同一温场（热电偶检定炉、零度恒温器）中，利用热工检定软件、数字多用表、扫描器 / 控制器等采集测量两支热电偶的动势值，最终通过计算得到质控对象在

铜点的热电势值。此次测量由软件自动进行控温采集数据，设定每天重复测量 4 组，每组采集 4 次，连续进行 10 天试验。

因极差图（R 图）揭示组内不希望出现的变差，若组内变差不变，则 R 图保持统计控制状态。若 R 图不保持统计控制状态，或 R 值增大，则可能存在异常因素正对过程起作用，R 控制图的失控也会影响 $\bar{X}$ 图，故应首先分析 R 图。

中心线及控制上下限依据表 1 公式确定。

原始数据表 2 所示。

根据公式及控制线系数确定中心线及控制限数据，如表 3 所示。

表 1 常规控制图 $\bar{X}$ -R 控制限公式

统计量	标准值未给定		标准值给定	
	中心线	UCL 与 LCL	中心线	UCL 与 LCL
$\bar{X}$	$\bar{\bar{X}}$	$\bar{\bar{X}} \pm A_2 \bar{R}$ 或 $\bar{\bar{X}} \pm A_3 \bar{s}$	X_0 或 μ	$X_0 \pm A\sigma_0$
R	$\bar{R}$	$D_3 \bar{R}$, $D_4 \bar{R}$	R_0 或 $d_2 \sigma_0$	$D_1 \sigma_0$, $D_2 \sigma_0$

X_0 、 R_0 、 s_0 、 μ 为给定标准值

表 2 标准铂铑 10- 铂热电偶铜点电动势设备比对原始数据

检定地点		热工室		环境温度		18.0℃		相对湿度		44.0%		单位：mV			
10.5568	10.5552	10.5577	10.5578	10.5697	10.5695	10.5688	10.5687	10.5699	10.5687	10.5692	10.5691	10.5753	10.5753	10.5750	10.5736
10.5758	10.5760	10.5767	10.5770	10.5767	10.5767	10.5767	10.5768	10.5773	10.5772	10.5761	10.5759	10.5773	10.5771	10.5765	10.5763
10.5742	10.5744	10.5751	10.5754	10.5707	10.5707	10.5707	10.5708	10.5851	10.5850	10.5839	10.5837	10.5735	10.5733	10.5727	10.5725
10.5684	10.5683	10.5682	10.5682	10.5720	10.5720	10.5712	10.5711	10.5639	10.5638	10.5638	10.5639	10.5711	10.5708	10.5701	10.5699
10.5648	10.5648	10.5648	10.5646	10.5660	10.5660	10.5656	10.5656	10.5665	10.5666	10.5660	10.5658	10.5655	10.5655	10.5653	10.5653
10.5638	10.5639	10.5640	10.5640	10.5668	10.5670	10.5675	10.5675	10.5671	10.5670	10.5650	10.5648	10.5717	10.5714	10.5707	10.5707
10.5681	10.5681	10.5675	10.5675	10.5551	10.5549	10.5558	10.5559	10.5705	10.5704	10.5705	10.5706	10.5639	10.5639	10.5633	10.5632
10.5504	10.5502	10.5497	10.5495	10.5713	10.5712	10.5705	10.5703	10.5610	10.5611	10.5619	10.5622	10.5643	10.5642	10.5641	10.5642
10.5634	10.5638	10.5639	10.5635	10.5672	10.5670	10.5664	10.5665	10.5631	10.5633	10.5635	10.5637	10.5728	10.5728	10.5723	10.5721
10.5627	10.5629	10.5637	10.5639	10.5736	10.5736	10.5731	10.5729	10.5700	10.5701	10.5694	10.5694	10.5699	10.5696	10.5685	10.5684
10.5658	10.5657	10.5636	10.5633	10.5698	10.5698	10.5692	10.5689	10.5696	10.5700	10.5705	10.5703	10.5703	10.5703	10.571	10.5706

表 3 标准铂铑 10- 铂热电偶铜点电动势均值图 - 极差图中心线及控制限数据 /mV

序号	$\bar{X}$	$\bar{\bar{X}}$	R	$\bar{R}$	极差上限	极差下限	均值上限	均值下限	控制限系数 A_2	控制限系数 D_3	控制限系数 D_4
1	10.57202	10.57112	0.00093	0.0008	0.0018	0	10.57977	10.56251	0.729	0	2.282
2	10.57663		0.00042								
3	10.57052		0.00050								
4	10.56961		0.00065								
5	10.56992		0.00095								
6	10.56988		0.00075								
7	10.57000		0.00062								
8	10.56943		0.00077								
9	10.57129		0.00108								
10	10.57136		0.00060								
11	10.57162		0.00155								

运用 Excel 图表功能得出以下趋势图:

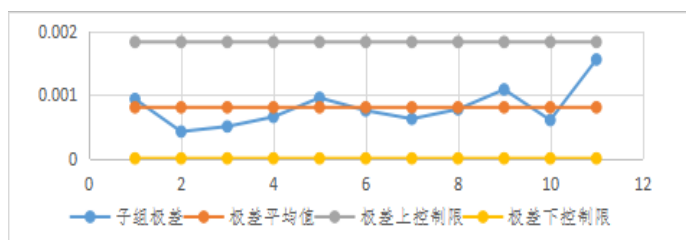


图2 标准铂铑 10- 铂热电偶铜点电动势极差图

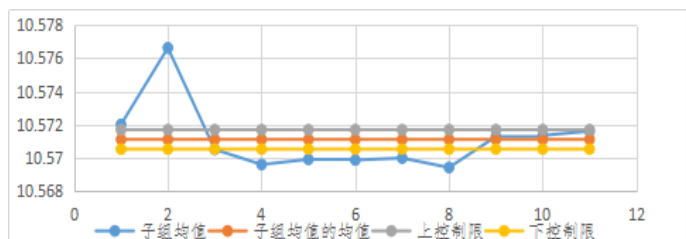


图3 标准铂铑 10- 铂热电偶铜点电动势均值图

极差图显示有 7 点在中心线以下。分析原因发现, 电脑采集完一组数据后, 系统降温至 900℃后继续升温, 稳定至铜点, 接着采集下一组, 后三组数据没有在相同环境条件下进行重复的人为干预、清洗、捆绑的过程, 只是在检定炉中重复采集数据, 数据的差异性变小, 受极差影响的均值图的控制限间距缩小, 因此数据极易超出控制限, 由此而得出数据超限的判断是不合适的。此外因缺少必要的清洗步骤, 热电偶表面产生的氧化膜影响了热电动势值, 导致了连续多点在极差图中心线以下。

3 常规控制图与以往控制图比较发现

①以往控制图是以上级机构溯源数据 10.5748mV 为中心线, 以 1 等标准热电偶监督性检查测得铜点热电动势与溯源证书热电动势之差不大于 $4\mu\text{V}$ 作为上下限, 见图 4。

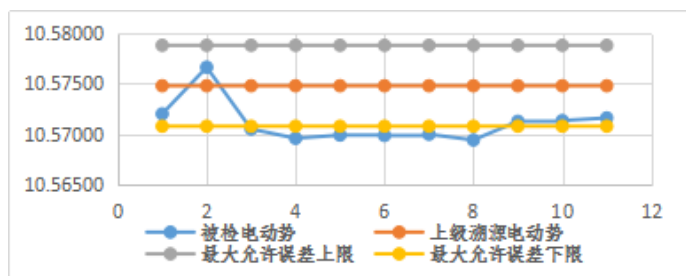


图4 以往控制图

②常规控制图中心线的确定是众多数据在自身实验室环境下, 由本实验室人员操作实验室仪器测得的数据平均值 10.57108mV, 相比于以往控制图法采用的上级机构溯源数据 10.5748mV, 更具代表性和说服力。

③常规控制图上下限的确定考虑了数据间离散程

度, 反映了人、机、料、法、环各种因素, 不单纯以 $4\mu\text{V}$ 为界限, 因此更为合理。

④常规控制图将极差图和均值图同时分析, 更利于查找数据偏离的原因。

最后通过排查异因, 再次实验后的数据如下图所示, 可见过程控制已得到优化。

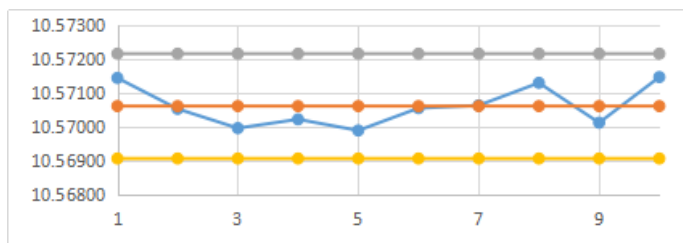


图5 优化后的标准铂铑 10- 铂热电偶铜点电动势极差图

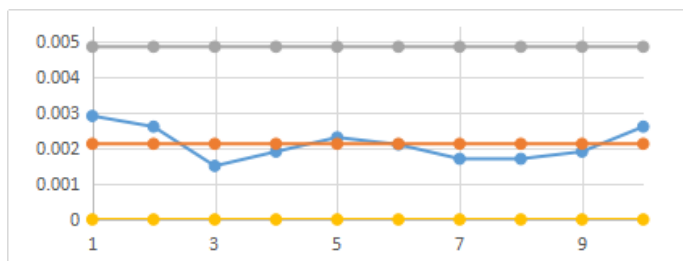


图6 优化后的标准铂铑 10- 铂热电偶铜点电动势均值图

4 结束语

常规控制图运用统计原理, 将实验过程中所有不确定因素通过数据离散性反映出来, 确定的中心线及控制限更能反映实验室本身问题, 有助于实验室查找原因, 改善实验过程。在收集数据过程中, 每个数据要保证是独立重复试验得到的。建立常规控制图一定要保证过程受控, 任何微小的影响都会造成常规控制图的偏差, 容易造成误判现象。

参考文献:

- [1] 赵宇, 陈松涛. 测量过程控制在实验室校准结果质量保证中的应用 [J]. 现代测量与实验室管理, 2004(03).
- [2] 宋向英, 李维明. 检定二等标准水银温度计标准铂电阻温度计配用数表的进一步探讨 [J]. 中国计量, 2009(01).
- [3] 粟智. 质量控制图的原理和方法及在仪器分析中的应用 [J]. 理化检验 (化学分册), 2005(05).
- [4] 万毅, 陈万, 李妮, 王锐, 徐勇勇. 质量控制图在卫生质量管理中的应用: 医学文献定量分析 [J]. 中国卫生质量管理, 2009(06).
- [5] 唐闻宁. 控制图在食品检验室内部质量控制中的应用 [J]. 食品研究与开发, 2009(05).
- [6] 牛全华, 王迎芳等. Excel 在期间核查控制图及评估过程能力中的应用 [J]. 计量技术, 2019.No1.