

煤炭灰分测量的不确定度评估

吴扬, 关新建, 周艳

(连云港出入境检验检疫局, 连云港市 222042)

摘要 依据 GB/T212—2001 标准对煤炭灰分进行测定, 依据 JJG1059 对测定结果的不确定度进行了评定和表述; 根据标准的要求和以往经验, 寻找了影响测定不确定度的各个来源, 并对分量进行了分析、合成。

关键词 煤炭 灰分 不确定度

煤炭灰分含量是衡量其品位的重要指标。目前, 在我国推行的 ISO/IEC 导则 17025《校准和测试实验室能力的通用要求》和 ISO9001《质量体系设计、开发、生产、安装和服务的质量保证模式》中, 对测量结果的不确定度均有明确要求; 而对测量不确定度的论述, 现大多只涉及计量和校准, 较少涉及检测实验室的测量不确定度。本文以 GB/T212—2001 标准方法为例, 对检测实验室的检测结果的测

量不确定度的如何进行评估加以论述。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

AE-200 型电子天平, 感量 0.000 1 g, 检定允差为 $\pm 0.000 4$ g; 101A-3 型鼓风电热干燥箱, XL-3 型马弗炉, 样品为淮北局的临涣精煤分析样。

1.2 实验方法

配, 是影响破碎缩分机性能是否合格的关键因素。性能试验前一定要予以确认。

(2) 调整好 2 级出料粒度。根据缩分比确定试验用煤量, 确保一级、2 级留样量符合 GB474—1996 中的规定。

(3) 用 2 分器缩分法检验破碎机性能的煤样, 应是破碎缩分机缩分出空气干燥煤样后的全部弃样, 包括一级、2 级缩分和 3 mm 煤样缩分后的弃样。

(4) 使用 2 分器缩分煤样的操作必须正确, 应使煤流呈柱状并沿整个长度来回摆动, 切不可偏流。

(5) 每次试验完毕后, 应将破碎机和缩分机内粘附的煤样清理干净, 确保系统通畅, 无阻。

(6) 检验精密度的统计方法不能用“F”检验法。因为 F 检验法只是比较两种制样方法方差的大小, 只能说明这两组方差是否相等, 不能确认方差是否满足 $0.05A^2$ 的规定。

(7) 精密度的统计检验, 有两项假设条件: 一是, 煤质变化是随机的; 二是, 质量特性测定值服从正态分布。为此, 应注意煤样的选择, 绝不能用混合煤样。这两项条件一般是成立的。如有必要, 可进行离群值检验, 在找出原因后, 剔除离群值, 补

做试验。

(8) 系统偏差检验除了上述两项假设条件外, 还有两项假设条件: 其一, 数据对的差值具有独立性; 其二, 两组测试数据具有统计均匀性, 即等方差、等均值。如有必要, 应按有关统计检验方法进行检验。如果统计检验未通过, 应舍弃测试数据, 找出原因并在排除后重新试验, 否则, 将得出不正确的结论(本文所举实例均通过上述统计检验)。此外, GB474—1996 规定制样机应不存在与 0 有显著性差异的系统偏差, 即无系统偏差的要求过于苛刻, 建议下次修订时改为不存在微小的实质性系统偏差更为合理。

参考文献

- 1 国家标准 GB474—1996 煤样的制备方法。
- 2 国际标准 ISO1988—1975 硬煤采样。
- 3 美国材料试验协会标准 ASTM D2013: 1994 分析煤样的制备。

作者简介 张太平, 1963 年生, 高级工程师。1984 年 7 月毕业于武汉水利电力大学。长期从事煤质分析检验与管理工作。现任湖北地区发电用煤质量监督检验中心技术负责人。发表论文多篇。

(收稿日期: 2004—11—25)

根据 GB/T212—2001 标准对煤炭灰分进行测试。

1.3 实验结果

对同一样品 8 次测试结果如下:

No	$A_{ad}(\%)$	No	$A_{ad}(\%)$
1	11.24	5	11.41
2	11.42	6	11.32
3	11.36	7	11.43
4	11.28	8	11.29

2 不确定度评估

2.1 A 类不确定度的评定

对测试结果的 8 个数据进行分析, 其估计最佳值为:

$$\bar{A}_{ad}(\%) = \frac{\sum A_{adi}}{8} = 11.34(\%)$$

由贝塞尔公式求得单次测量标准差为:

$$s(A_{ad}) = \sqrt{\frac{\sum (A_{adi} - \bar{A}_{ad})^2}{n-1}} = 0.0719(\%)$$

由测量重复性导致的标准不确定度为:

$$u_A = \frac{s(A_{ad})}{\sqrt{n}} = 0.0254(\%)$$

其相对不确定度为:

$$u_a = \frac{u_A}{\bar{A}_{ad}} = 2.24 \times 10^{-3}, \text{自由度 } v = 8 - 1 = 7$$

2.2 B 类不确定度的评定

灰分计算公式为:

$$A_{ad} = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100(\%)$$

式中 m_0 ——灰皿质量, g;

m_1 ——(灰皿+样品)质量, g;

m_2 ——烧后(灰皿+样品)质量, g。

称样不确定度来自天平称量不确定度, 天平为乙级使用仪器, 检定证书的允许误差 ± 0.0004 g, 其标准不确定度为:

$$u_{B1} = \frac{0.0004}{\sqrt{3}} = 2.309 \times 10^{-4}$$

因为 $m_1 - m_0 = 1$, $m_2 - m_0 = 0.1134$, 各自相对不确定度分别为:

$$u_{b1} = \frac{\sqrt{\sum u_{B1}^2}}{0.1134} = 2.880 \times 10^{-3}, \text{自由度 } v = \infty$$

$$u_{b2} = \frac{\sqrt{\sum u_{B1}^2}}{1} = 3.266 \times 10^{-4}, \text{自由度 } v = \infty$$

B 类相对不确定度为:

$$u_b = \sqrt{u_{b1}^2 + u_{b2}^2} = 2.90 \times 10^{-3}, \text{自由度 } v = \infty$$

2.3 合成不确定度

由 A 类和 B 类相对不确定度计算合成相对不确定度:

$$u_{rel} = \sqrt{u_a^2 + u_b^2} = 3.66 \times 10^{-3}$$

有效自由度:

$$v_{eff} = \frac{(3.66 \times 10^{-3})^4}{\frac{(2.24 \times 10^{-3})^4}{7} + \frac{(2.90 \times 10^{-3})^4}{\infty}} \approx 50$$

设定条件下的合成标准不确定度为:

$$u_c = 11.34 \times 3.66 \times 10^{-3} = 0.042$$

2.4 扩展不确定度

选取置信水平 $p=95$, 按 $v_{eff}=50$, 查 t 分布表得包含因子 $k_p = t_p(v_{eff}) = 1.96$ 。

相对扩展不确定度为:

$$U_{rel} = 1.96 \times 3.66 \times 10^{-3} = 7.17 \times 10^{-3}$$

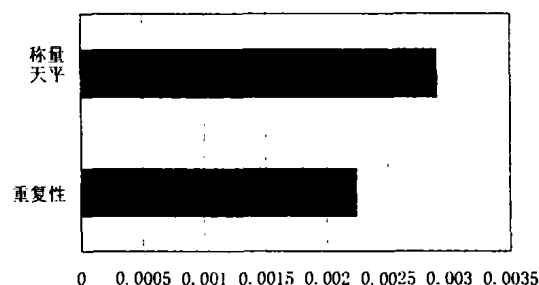
3 报告与表示

灰分含量应用扩展不确定度报告测量结果的不确定度。为明确起见, 推荐以下说明方式。

$$A_{ad} = (11.34 \pm 0.08)\%$$

式中, 正负号后的值为扩展不确定度 $U_{95} = k_{95} u_c$, 而合成标准不确定度 $u_c = 0.042$, 自由度 $v = 50$, 包含因子 $k_p = t_{95}(50) = 1.96$, 从而具有约为 95 概率的置信区间。

4 各类不确定度评估图



从上图看出, 最终结果不确定度的主要来源是重复性实验和天平称量误差。因此, 实际工作中, 应尽可能保证测试条件的一致性, 采用高精度天平, 降低重复性导致的不确定度, 才能最大限度提高测试的精确度。测试结果测量不确定度的评估对实际工

简析原煤灰分增减对精煤回收率的影响

张苑

(峰峰集团公司煤业研发部, 邯郸市 056200)

摘 要 本文在一定的原煤浮沉试验资料前提下, 通过简单分析, 推导出原煤灰分增减对精煤回收率影响的关系式, 为选煤生产中用原煤灰分变化来预测精煤回收率提供了简单的理论依据, 也为入洗原煤供求双方在原煤灰分增高或降低时合理调整入洗原煤价格提供了可供参考的依据。

关键词 原煤灰分 精煤回收率 关系式

1 选题理由

选煤生产过程中, 最关注的经济指标是精煤回收率。通常是通过入洗原煤样进行浮沉试验而得出。但是, 由于浮沉试验时间长、成本高, 且滞后于生产时间长, 所以, 一般情况下对随时可能变化的精煤回收率不作检测, 而是通过对原煤灰分的检测来预测其精煤回收率。然而, 由于二者之间关系复杂, 影响因素较多, 多数选煤厂对二者间的定量关系不做深入研究, 只是定性地知道原煤灰分和精煤回收率之间成反变关系, 即原煤灰分高, 精煤回收率低; 原煤灰分低, 精煤回收率高。

针对以上情况, 作者认为, 很有必要对原煤灰

分和精煤回收率间的关系做深入研究, 推算出二者间的定量关系式, 以便选煤厂经营者能随时根据原煤灰分情况预测和判断其精煤回收率、及时对选煤生产实际情况进行科学分析, 也为由原煤灰分指标确定精煤回收率指标计划和入洗原煤价格的领导层提供科学依据。

2 简要推导原煤灰分增减对精煤回收率影响的关系式

2.1 需要的基础数据

推算时, 需要的基础数据来源于现有的原煤浮沉资料及洗煤相关指标。见下表 1。

2.2 推算需要的假说条件

表 1

浮煤灰分(%)	矸石灰分(%)	中煤灰分(%)	+0.5 数量(%)	洗煤数量效率(%)	精煤价格(元/t)	中煤价格(元/t)
$A_{\text{浮}}$	$A_{\text{矸}}$	$A_{\text{中}}$	$R_{+0.5}$	Y	$X_{\text{精}}$	$X_{\text{中}}$

备注: 1. 浮煤灰分相当于理论精煤灰分, 根据洗选精煤灰分要求而定;

2. 一般情况下, 相对稳定地区的原煤矸石灰分随原煤灰分变化的影响不大。

(1) 原煤灰分升高(或降低)是由于矸石量增加(或减少)、浮煤量减少(或增加)的缘故。

(2) 原煤灰分升高(或降低)是由于中煤量增加(或减少)、浮煤量减少(或增加)的缘故。

2.3 推算过程

(1) 灰分升高(或降低), 是由于矸石量增加

(或减少)、浮煤量减少(或增加)的缘故。

当浮煤量减少(或增加)1个百分点、矸石量增加(或减少)1个百分点时, 1 t 原煤增加(或减少)的灰分量为 $(1\% \times R_{+0.5} \times A_{\text{矸}} - 1\% \times R_{+0.5} \times A_{\text{浮}})t$; 原煤的灰分上升(或降低)了 $R_{+0.5} \times (A_{\text{矸}} - A_{\text{浮}})$ 个百分点。

作有直接的指导意义。

参考文献

- 1 国家质量技术监督局计量司组编. 测量不确定度评定与表示指南. 中国计量出版社. 2000. 4. 第一版.

作者简介 吴扬, 1973 年生, 全国煤炭标准化技术委员会煤炭分析试验分会委员, 江苏出入境检验检疫煤炭检测实验室负责人, 主要从事煤炭分析试验研究工作; 在国内外发表学术论文 20 多篇。

(收稿日期: 2004-11-29)