

# 工业分析仪测量煤中灰分、挥发分的不确定度评定

向志龙\*

(宣城市标准计量所, 宣城 242000)

**摘要:** 评定工业分析仪在测量煤中灰分和挥发分时的不确定度, 以提高煤质分析的准确性, 并为工业分析仪的校准和维护提供科学依据。依据 JJF 1140—2017《工业分析仪检定规程》, 建立数学模型, 分析影响灰分和挥发分示值误差的不确定度分量, 并通过合成分量计算测量结果的不确定度。灰分测量的扩展不确定度为 0.12% ( $k=2$ ), 挥发分测量的扩展不确定度为 0.18% ( $k=2$ )。不确定度的主要来源包括仪器分辨率、环境温度波动、样品均匀性及重复性误差。本研究为工业分析仪的测量结果提供了可靠的不确定度评定方法, 有助于提升煤质分析的精度和可靠性。依据 JJF 1140—2017《工业分析仪检定规程》中的仪器测量方法, 本文建立了适合的数学模型, 详细分析了影响煤中灰分、挥发分示值误差的不确定度分量, 并通过合成这些分量, 给出了工业分析仪检定装置灰分、挥发分测量结果的不确定度。本研究不仅提高了煤质分析的准确性, 也为工业分析仪的校准和维护提供了科学依据。

**关键词:** 工业分析检定装置; 灰分; 挥发分; 不确定度

## 0 引言

在工业生产和科研领域中, 煤质分析<sup>[1-4]</sup>是确保能源利用效率和环境保护的重要环节。工业分析仪作为煤质分析的关键设备, 其测量结果的准确性直接关系到后续的生产决策和科研结论。本文旨在深入探讨工业分析仪在测量煤中灰分、挥发分两项重要指标时的不确定度评定方法<sup>[5-10]</sup>。

工业分析仪的测量原理主要基于热重分析法。该方法将远红外加热设备与称量用的电子天平结合在一起, 通过精确控制加热温度和加热时间, 测量试样在加热过程中的质量变化。具体来说, 将一定量的煤样置于工业分析仪的加热炉中, 在特定条件下进行热处理。随着温度的升高, 煤样中的水分、挥发分等成分逐渐析出, 导致煤样的质量发生变化。通过电子天平精确测量煤样在加热过程中的质量变化, 可以计算出煤样中的水分、灰分和挥发分等工业分析指标。

## 1 材料与方法

### 1.1 测量方法

本次测量依据 JJF 1140—2017《工业分析仪检定规

程》<sup>[11]</sup>进行。该规程详细规定了工业分析仪的检定方法、检定条件和检定要求等, 为工业分析仪的测量提供了科学的依据。

测量条件: 环境温度控制在 25 °C, 相对湿度控制在 65%。此外确保了测量过程中的无振动、无干扰等条件, 以最大限度地减少外部因素对测量结果的影响。

### 1.2 测量标准

为确保测量结果的准确性和可靠性, 采用国家计量行政部门批准的有证标准物质“煤物理特性和化学成分分析标准物质”作为测量标准, 其由煤炭科学技术研究院有限公司研制, 经过严格筛选和定值, 具有已知的成分和不确定度。

### 1.3 数学模型

为了对测量结果进行不确定度评定, 需要建立适合的数学模型。对于灰分和挥发分的测量, 可以建立以下数学模型(以灰分为例):

$$\Delta_e = \bar{A} - A_s$$

式中,  $\bar{A}$  为仪器测量出灰分的平均值, %;  $A_s$  为煤标标准物质灰分的参考值, %;  $\Delta_e$  为仪器示值误差, %。

\* 通信作者: 向志龙, 中级工程师, 研究方向为从事计量检定工作。E-mail: xcxl@163.com

## 2 结果与分析

### 2.1 不确定度的来源

(1)标准物质误差：测量过程中使用的国家标准物质，本身存在误差，由标准物质证书中的测量不确定度体现。

(2)称量示值误差：称量设备在测量样品质量时可能产生的误差。这包括标准砝码的不确定度、电子天平的重复性以及分辨力引入的不确定度。

(3)炉温温控误差：加热过程中，炉温的控制和稳定度可能产生误差，这会影响样品的分解和挥发分的测定。

(4)仪器示值误差：仪器本身在测量过程中可能产生的误差，包括传感器的精度、电路稳定性等因素。

(5)其他因素：如样品采集的不均匀性、样品前处理过程中的损失或污染、操作者的技术水平差异以及环境因素等也可能对示值误差不确定度产生影响。

在本次测量中，本文选择了 GBW11101s 标准物质，其灰分参考值为 11.12%，扩展不确定度为 0.14% ( $k=2$ )；挥发分参考值为 24.46%，扩展不确定度为 0.33% ( $k=2$ )。

在测量过程中，选择性能稳定的工业分析仪，并依据 JJF 1140—2017《工业分析仪》检定规程给出的方法，对每种煤标准物质进行了重复测量。具体来说，分别对 GBW11101s 标准物质的灰分和挥发分进行了 10 次独立重复测量，并将其中 6 次测量值的算术平均值作为最终测量结果。然后，将算术平均值减去标准物质参考值，得到仪器示值误差。这一过程有助于本文评估工业分析仪的测量准确性和稳定性。

### 2.2 不确定度评定

#### 2.2.1 灰分示值测量结果不确定度评定

取标准物质编号为 GBW11101s，灰分参考值为 11.12%，扩展不确定度为 0.14%， $k=2$  的标准物质检测工业分析仪示值测量结果不确定度评定。

(1)测量重复性引入的标准不确定度  $u(\bar{A})$  的评定

采用 A 类方法进行评定，在 25 °C 时，用上述标准物质对被检仪器进行 10 次独立重复测量，结果如下：

测量值：11.08%，11.10%，11.24%，11.16%，11.18%，11.06%，11.29%，10.92%，11.21%，11.28%。

平均值  $\bar{A}=11.15\%$

单次实验标准偏差：

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{10} (A_i - \bar{A})^2}{n-1}} = 0.11\%$$

实际测量中，取 6 次测量值的平均值，则测量结果的

标准不确定度为  $u(\bar{A}) = \frac{0.11}{\sqrt{6}} = 0.045\%$ 。

(2)输入量  $A_s$  引入的标准不确定度分量  $u(A_s)$

采用 B 类方法评定，则： $u(A_s) = \frac{0.14\%}{2} = 0.07\%$ 。

#### 2.2.2 挥发分示值测量结果不确定度评定

取标准物质编号为 GBW11101s，挥发分参考值为 24.42%，扩展不确定度为 0.33%， $k=2$  的标准物质检测工业分析仪示值测量结果不确定度评定。

(1)测量重复性引入的挥发分标准不确定度  $u(\bar{V})$  的评定。采用 A 类方法进行评定，在 25 °C 时，用上述标准物质对被检仪器进行 10 次独立重复测量，结果如下：

测量值：24.13%，24.08%，24.02%，24.17%，24.21%，24.06%，24.28%，24.19%，24.32%，24.37%；

平均值  $\bar{V} = 24.18\%$ ；

$$\text{单次实验标准偏差：} S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{10} (A_i - \bar{A})^2}{n-1}} = 0.12\%$$

实际测量中，取 6 次测量值的平均值，则测量结果的标准不确定度为  $u(\bar{V}) = \frac{0.12}{\sqrt{6}} = 0.049\%$ 。

(2)输入量  $V_s$  引入的标准不确定度分量  $u(V_s)$ 。采用 B 类方法评定，则： $u(A_s) = \frac{0.33\%}{2} = 0.17\%$ 。

### 2.3 合成标准不确定度评定

#### 2.3.1 灵敏系数

由于灰分  $u(\bar{A})$ 、 $u(A_s)$  相互独立，对应的灵敏系数为  $|c_1| = |c_2| = 1$ 。

由于挥发分  $u(\bar{V})$ 、 $u(V_s)$  相互独立，对应的灵敏系数为  $|c_1| = |c_2| = 1$ 。

#### 2.3.2 标准不确定度汇

标准不确定度汇总表见表 1、表 2。

表 1 灰分标准不确定度汇总表

标准不确定度分量	标准不确定度来源	灵敏系数	标准不确定度值 / %
$u(\bar{A})$	煤中灰分的测量重复性	1	0.045
$u(A_s)$	标准物质定值的灰分标准不确定度	1	0.7

表 2 挥发分标准不确定度汇总表

标准不确定度分量	标准不确定度来源	灵敏系数	标准不确定度值 / %
$u(\bar{V})$	煤中挥发分的测量重复性	1	0.049
$u(V_s)$	标准物质定值的挥发分标准不确定度	1	0.17

#### 2.3.3 合成标准不确定度 $u_c$

由公式可求得灰分、挥发分合成标准不确定度、扩展不确定度如下：

灰分:

$$u_c = \sqrt{c_1^2 [u(\bar{A})]^2 + c_2^2 [u(V_s)]^2}$$

$$= \sqrt{(0.045\%)^2 + (0.07\%)^2} = 0.083\%$$

取  $k=2$ ,  $U = k \times u_c = 2 \times 0.083\% = 0.17\%$

挥发分:

$$u_c = \sqrt{c_1^2 [u(\bar{V})]^2 + c_2^2 [u(V_s)]^2}$$

$$= \sqrt{(0.049\%)^2 + (0.17\%)^2} = 0.177\%$$

取  $k=2$ ,  $U = k \times u_c = 2 \times 0.177\% = 0.35\%$

## 2.4 测量结果不确定度评定

测量结果不确定度报告见表 3。

表 3 测量结果不确定度报告表

序号	标准值 /%	实测值 /%	标准不确定度 ( $u_c$ )	扩展不确定度 [ $U(k=2)$ ]
1(灰分)	11.12	11.15	0.083%	0.17%
2(挥发分)	24.46	24.18	0.177%	0.35%

## 3 讨论与结论

### 3.1 减小不确定度的相关措施

通过对工业分析仪测量煤中灰分和挥发分结果的不确定度进行评定可以看出, 测量重复性和标准物质定值是影响不确定度的主要因素。此外, 环境条件和仪器性能也有一定影响。为减小不确定度, 可采取以下措施。

(1) 增加测量次数: 在实际操作中, 根据具体情况适当增加测量次数, 以提高测量结果的稳定性和准确性。

(2) 使用更高精度的标准物质: 在选择标准物质时, 应尽可能选择具有更高精度和更小扩展不确定度的标准物质。

(3) 严格控制环境条件: 应严格控制环境条件和仪器性能, 确保测量过程中温度和湿度的稳定性以及仪器的良好性能。

(4) 定期对工业分析仪进行校准和维护: 在使用过程中, 应按照检定规程和仪器说明书的要求对仪器进行定期校准和维护, 以保证测量结果的准确性和可靠性。

### 3.2 进一步探讨与建议

在实际应用中, 工业分析仪的测量不确定度不仅受到上述因素的影响, 还可能受到其他因素的干扰。例如, 煤样的均匀性、样品的粒度分布、加热速率等。因此, 实际操作中还需注意以下 4 点。

(1) 样品的均匀性: 如果样品不均匀, 可能导致测量结果产生偏差。因此, 在样品制备过程中, 应确保样品的均匀性, 避免因样品不均匀而引入误差。

(2) 样品的粒度分布: 不同粒度的样品在加热过程中可

能表现出不同的热分解行为, 从而导致测量结果的差异。因此, 在样品制备过程中, 应尽量控制样品的粒度分布, 确保样品的一致性。

(3) 加热速率: 过快的加热速率可能导致挥发分快速析出, 从而影响测量结果的准确性。因此, 应根据标准要求严格控制加热速率, 确保测量结果的可靠性。

(4) 操作人员的培训: 操作人员应经过专业培训, 熟悉操作流程和注意事项, 避免因操作不当而引入的误差。

通过对工业分析仪测量煤中灰分和挥发分的不确定度进行评定, 可以清晰地看到影响测量结果的主要因素。在实际应用中, 工业分析仪的测量不确定度评定是一个复杂的过程, 涉及多个因素的相互作用。因此, 在实际操作中, 需要综合考虑各种因素, 采取相应的措施, 例如, 严格控制环境条件和仪器性能, 注意样品的制备和操作人员的培训, 以确保测量结果的准确性和可靠性。同时, 随着技术的不断进步, 工业分析仪的性能也在不断提升, 未来研究者可以期待获得更加精确和可靠的测量结果。

## 参考文献

- [1] 李英华. 煤质分析应用技术指南 [M]. 北京: 中国标准出版社, 2009.
- [2] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局, 中国国家标准化管理委员会. 煤的工业分析方法: GB/T 212—2008[S]. 北京: 中国标准出版社, 2008.
- [3] ISO 17246: 2010. Coal—Proximate analysis. International Organization for Standardization (ISO). Geneva, Switzerland: ISO, 2010.
- [4] 中国国家标准化管理委员会. 煤的工业分析方法仪器法: GB/T 30732—2014 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2014.
- [5] 李化全, 王爱爱. 工业分析仪测量煤中灰分和挥发分的不确定度评定研究 [J]. 煤炭科学技术, 2022, 50(01): 234-239.
- [6] 国家质量监督检验检疫总局. 测量不确定度评定与表示: JJF 1059.1—2012 [S]. 北京: 中国质检出版社, 2012.
- [7] 林秀云. 工业分析仪示值误差检定结果的不确定度评定 [J]. 计量与测试技术, 2020, 47(2): 92-94.
- [8] 张丽丽, 刘晓晨. 煤质工业分析仪的校准与不确定度分析 [J]. 中国计量, 2021(3): 89-92.
- [9] 中国国家标准化管理委员会. 测量不确定度评定与表示指南 [M]. 北京: 中国标准出版社, 2011.
- [10] 王池, 邵海峰. 化学测量不确定度评定 [M]. 北京: 中国计量出版社, 2009.
- [11] 国家市场监督管理总局. 工业分析仪检定规程: JJG 1140—2017 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2017.