

УДК 681.31

И.П. Захаров, Е.Н. Шевченко

Харьковский национальный университет радиоэлектроники, Харьков, Украина

ОЦЕНИВАНИЕ НЕОПРЕДЕЛЕННОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ ЗОЛЬНОСТИ В ТВЕРДОМ МИНЕРАЛЬНОМ ТОПЛИВЕ

В статье рассмотрена актуальность определения зольности твердого топлива, проанализировано определение зольности на аналитическое, рабочее и сухое состояние пробы топлива, приведена схема выполнения измерения, рассмотрено модельное уравнение, составлен бюджет неопределенности, получены выражения для расчета стандартной суммарной и расширенной неопределенности измерения, приведены рекомендации по записи результата измерения.

Ключевые слова: зольность, неопределенность измерений, коэффициент охвата, бюджет неопределенности.

Введение

Зольность – отношение массы негорючего остатка (зола), полученной после выжигания горючей части топлива, к массе исходного топлива. Для всех типов твердых топлив зольность – один из основных нормируемых показателей характеристики и оценки их качества, используемый при разработке технических условий, потребительских стандартов, кондиций и при подсчете запасов. Повышение зольности снижает тепловой эффект сжигания топлив, удорожает (как балласт) стоимость их транспортировки, отрицательно отражается на технологии процессов переработки и качестве получаемых продуктов (кокса, полукокса и др.).

Золообразующие компоненты, химически связанные с органическим веществом углей или дисперсно в нем рассеянные (внутренняя зола), а также образующиеся за счет содержащихся в углях неорганических включений и засоряющих (при добыче) вмещающих пород (внешняя зола), при термической переработке имеют различную летучесть и претерпевают неодинаковые изменения. Поэтому условия определения зольности и химического состава золы углей стандартизированы [1]. Зольность за счет внешней золы зависит от внутреннего строения угольных пластов и технологии их добычи; подавляющая часть минеральных примесей, образующих внешнюю золу, может быть удалена при обогащении. Допустимое значение зольности нормируется государственными стандартами. Зольность углей и горючих сланцев определяется озолением навески испытуемого топлива в муфельной печи и прокаливанием зольного остатка при температуре 800 – 830 °С, а для ускоренного озоления горючих сланцев – при температуре 850 – 875 °С. Зольность углей определяется также рентгенометрическим методом – по параметрам ионизирующего излучения после взаимодействия с углем.

Стандарт ISO/IEC 17025:2005 [2] законодательно закрепляет необходимость наличия процедур оценивания неопределенности измерений, проводимых в аккредитованных лабораториях.

Целью статьи является описание процедуры обработки результатов измерений и оценивания неопределенности измерений при определении зольности твердого минерального топлива.

Процедура оценивания неопределенности измерения зольности

Зольность обозначается символом A и выражается в процентах. Для практических целей значение зольности, определенное по аналитической пробе (A^a), обычно пересчитывается на сухое A^d или рабочее A^r состояние топлива.

Зола, образующаяся после сжигания угля – не что иное, как примеси минеральных веществ, которых может содержаться в породе от 2 до 50%. В результате прокаливания породы в муфельной печи образуется зольный остаток

Зольность угля не зависит от степени метаморфизма породы, определяясь в значительной степени лишь условиями формирования. Именно поэтому уголь бурый может обладать меньшими значениями зольности, чем уголь каменный. Исходя из этого, также становится ясно, что даже уголь бурый или каменный одного месторождения может содержать различное количество примесей, в зависимости от условий углефикации в различных частях земной поверхности.

Совокупность всей влаги и золы в породе называется балластом. Чтобы не переплачивать за «пустую» породу важно рассчитывать и влажность, и зольность угля.

1.1 Анализ схемы выполнения измерения и составление модельного уравнения. Метод основан на весовом определении массы остатка после сжигания пробы при температуре (815 ± 10) °С.

Схема выполнения измерения приведена на рис. 1.

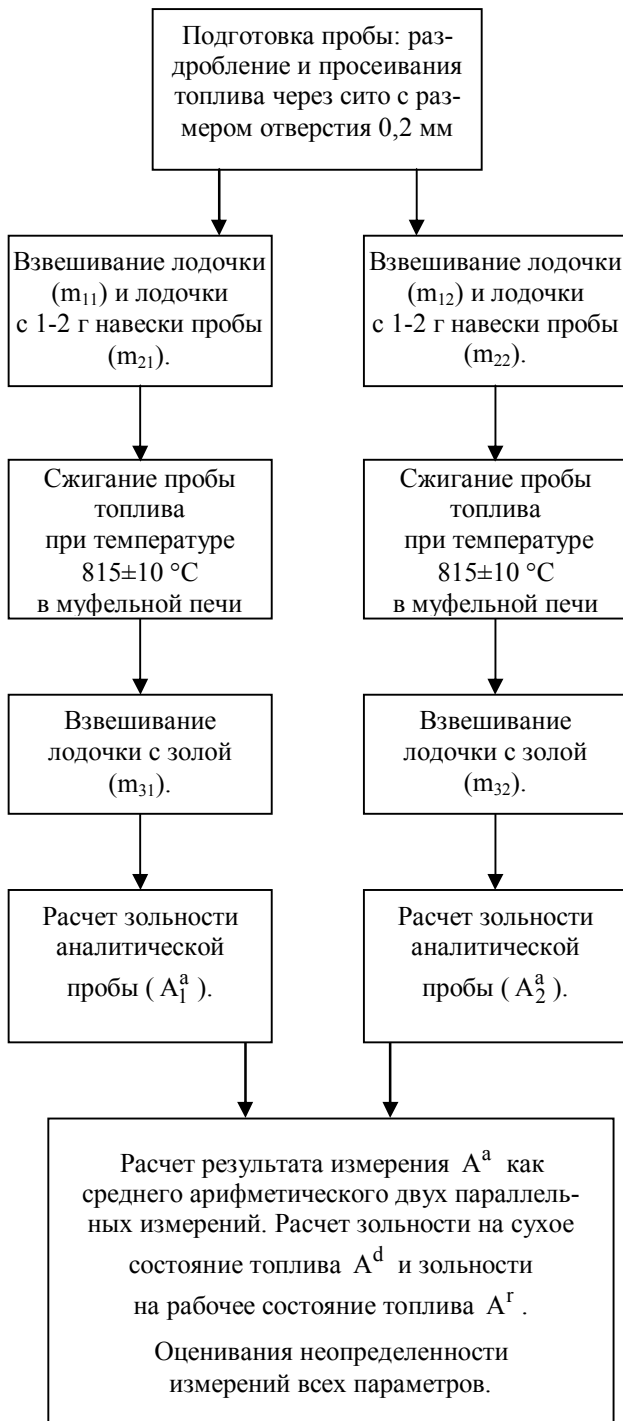


Рис. 1. Схема выполнения измерения

Зольность на аналитическое состояние пробы A^a определяется как среднее арифметическое результатов двух параллельных определений A_1^a и A_2^a [2]:

$$A^a = \bar{A}^a = \frac{A_1^a + A_2^a}{2}, \quad (1)$$

где $A_1^a = \frac{m_{31} - m_{11}}{m_{21} - m_{11}} \cdot 100\%$; $A_2^a = \frac{m_{32} - m_{12}}{m_{22} - m_{12}} \cdot 100\%$;

m_{11} , m_{12} – массы первой и второй лодочек; m_{21} ,

m_{22} – массы первой и второй лодочек с навеской пробы твердого топлива; m_{31} , m_{32} – массы первой и второй лодочек с золой.

Зольность на сухое состояние топлива, согласно ГОСТ 27314-91 [4] рассчитывается по формуле:

$$A^d = A^a \cdot \frac{100}{100 - W^a}, \quad (2)$$

где W^a – влага аналитической пробы [3].

Зольность на рабочее состояние топлива, согласно ГОСТ 27314-91 [4] рассчитывается как

$$A^r = A^a \cdot \frac{100 - W_t^r}{100 - W^a}, \quad (3)$$

где W_t^r – общая влага на рабочее состояние топлива [3].

1.2 Оценивание неопределенности измерений зольности на аналитическое состояние пробы и составление бюджета неопределенности. Модельное уравнению (1) соответствует следующее выражение для суммарной стандартной неопределенности A^a , согласно ДСТУ-Н РМГ 43:2006 [5]:

$$u_c(A^a) = [u^2(\bar{A}^a) + u_B^2(c_{11}^2 + c_{12}^2 + c_{21}^2 + c_{22}^2 + c_{31}^2 + c_{32}^2)]^{0.5}, \quad (4)$$

где $u(\bar{A}^a) = \tau/2,77$ (5) – неопределенность результатов двух параллельных измерений зольности, вычисленная по пределу сходимости τ , указанному в [1] в соответствии с требованиями стандарта [6];

$u_B = u_1 = u_2 = u_3 = \theta/\sqrt{3}$ (6) – составляющие неопределенности по типу В взвешивания масс соответственно лодочек, лодочек с топливом и лодочек с золой, которые рассчитанные через границы θ не исключенной систематической погрешности (НСП) измерение массы на весах в предположении равномерного распределения НСП внутри границ; c_{11} , c_{12} , c_{21} , c_{22} , c_{31} , c_{32} – соответствующие коэффициенты чувствительности, причем

$$c_{11} = \left| \frac{\partial \bar{A}^a}{\partial m_{11}} \right| = 50 \cdot \frac{(m_{21} - m_{31})}{(m_{21} - m_{11})^2}; \quad (7)$$

$$c_{12} = \left| \frac{\partial \bar{A}^a}{\partial m_{12}} \right| = 50 \cdot \frac{(m_{22} - m_{32})}{(m_{22} - m_{12})^2}; \quad (8)$$

$$c_{21} = \left| \frac{\partial \bar{A}^a}{\partial m_{21}} \right| = 50 \cdot \frac{m_{31} - m_{11}}{(m_{21} - m_{11})^2}; \quad (9)$$

$$c_{22} = \left| \frac{\partial \bar{A}^a}{\partial m_{22}} \right| = 50 \cdot \frac{m_{32} - m_{12}}{(m_{22} - m_{12})^2}; \quad (10)$$

$$c_{31} = \left| \frac{\partial \bar{A}^a}{\partial m_{31}} \right| = \frac{50}{(m_{21} - m_{11})}; \quad (11)$$

$$c_{32} = \left| \frac{\partial \bar{A}^a}{\partial m_{32}} \right| = \frac{50}{(m_{22} - m_{12})}. \quad (12)$$

Поскольку все составляющие неопределенности измерений определены по типу В, расширенная неопределенность измерения A^a для вероятности 0,95 будет определяться из выражения [5]:

$$U(A^a) = 2u_c(A^a). \quad (13)$$

Бюджет неопределенности измерений зольности на аналитическое состояние пробы приведен в табл. 1.

Результат измерения на аналитическое состояние пробы записывается в виде

$$A^a = \bar{A}^a \pm U(A^a), \quad p = 0,95. \quad (14)$$

Таблица 1

Бюджет неопределенности измерений зольности на аналитическое состояние топлива

| Входная величина | Оценки входных величин | Стандартные неопределенности входных величин | Коэффициент чувствительности | Вклады неопределенности |
|-------------------|--------------------------|--|------------------------------|------------------------------|
| \bar{A}^a | (1), % | (5), % | 1 | (5), % |
| m_{11} | \bar{m}_{11} , г | (6), г | (7), %/г | $c_{11} \cdot u_B$, % |
| m_{12} | \bar{m}_{12} , г | (6), г | (8), %/г | $c_{12} \cdot u_B$, % |
| m_{21} | \bar{m}_{21} , г | (6), г | (9), %/г | $c_{21} \cdot u_B$, % |
| m_{22} | \bar{m}_{22} , г | (6), г | (10), %/г | $c_{22} \cdot u_B$, % |
| m_{31} | \bar{m}_{31} , г | (6), г | (11), %/г | $c_{31} \cdot u_B$, % |
| m_{32} | \bar{m}_{32} , г | (6), г | (12), %/г | $c_{32} \cdot u_B$, % |
| Выходная величина | Оценка выходной величины | Суммарная стандартна неопределенность | Коэффициент охвата | Расширенная неопределенность |
| A^a | (1), % | (4), % | 2 | (13), % |

Таблица 2

Бюджет неопределенности измерений зольности на сухое состояние топлива

| Входная величина | Оценки входных величин | Стандартные неопределенности входных величин | Коэффициент чувствительности | Вклады неопределенности |
|-------------------|--------------------------|--|------------------------------|-----------------------------------|
| A^a | (1), % | (4), % | (16) | $c_{A^a}(A^d) \cdot u_c(A^a)$, % |
| W^a | \bar{W}^a , % | $u_c(W^a)$, % | (17) | $c_{W^a}(A^d) \cdot u_c(W^a)$, % |
| Выходная величина | Оценка выходной величины | Суммарная стандартна неопределенность | Коэффициент охвата | Расширенная неопределенность |
| A^d | (2), % | (15), % | 2 | (18), % |

1.3 Оценивание неопределенности измерений зольности на сухое состояние пробы и составление бюджета неопределенности. Модельному уравнению (2) соответствует следующее выражение для суммарной стандартной неопределенности A^d , в соответствии ДСТУ-Н РМГ 43:2006 [5]:

$$u_c(A^d) = \sqrt{c_{A^a}^2(A^d) \cdot u_c^2(A^a) + c_{W^a}^2(A^d) \cdot u_c^2(W^a)}, \quad (15)$$

где
$$c_{A^a}(A^d) = \left| \frac{\partial A^d}{\partial A^a} \right| = \frac{100}{100 - W^a}; \quad (16)$$

$$c_{W^a}(A^d) = \left| \frac{\partial A^d}{\partial W^a} \right| = A^a \cdot \frac{100}{(100 - W^a)^2}. \quad (17)$$

Расширенная неопределенность будет определяться из выражения [5]:

$$U(A^d) = 2 \cdot u_c(A^d). \quad (18)$$

Бюджет неопределенности измерений зольности на сухое состояние топлива приведен в табл. 2.

1.4 Оценивание неопределенности измерений зольности на рабочее состояние пробы и составление бюджета неопределенности. Модельному уравнению (3) соответствует следующее выражение для суммарной стандартной неопределенности A^r , согласно ДСТУ-Н РМГ 43:2006 [5]:

$$u_c(A^r) = [c_{A^a}^2(A^r) \cdot u_c^2(A^a) + c_{W^a}^2(A^r) \cdot u_c^2(W^a) + c_{W_t^r}^2(A^r) \cdot u_c^2(W_t^r)]^{0,5}, \quad (19)$$

где
$$c_{A^a}(A^r) = \left| \frac{\partial A^r}{\partial A^a} \right| = \frac{100 - W_t^r}{100 - W^a}; \quad (20)$$

$$c_{W^a}(A^r) = \left| \frac{\partial A^r}{\partial W^a} \right| = A^a \cdot \frac{100 - W_t^r}{(100 - W^a)^2}; \quad (21)$$

$$c_{W_t^r}(A^r) = \left| \frac{\partial A^r}{\partial W_t^r} \right| = \frac{A^a}{100 - W^a}. \quad (22)$$

Расширенная неопределенность будет определяться из выражения [5]:

$$U(A^r) = 2 \cdot u_c(A^r). \quad (23)$$

Бюджет неопределенности измерений зольности на рабочее состояние топлива приведены в табл. 3.

Таблица 3

Бюджет неопределенности измерений зольности на рабочее состояние топлива

| Входная величина | Оценки входных величин | Стандартные неопределенности входных величин | Коэффициент чувствительности | Вклады неопределенности |
|-------------------|--------------------------|--|------------------------------|---------------------------------------|
| A^a | (1), % | (4), % | (20) | $c_{A^a}(A^r) \cdot u_c(A^a)$, % |
| W^a | \hat{W}^a , % | $u_c(W^a)$, % | (21) | $c_{W^a}(A^r) \cdot u_c(W^a)$, % |
| W_t^r | \hat{W}_t^r , % | $u_c(W_t^r)$, % | (22) | $c_{W_t^r}(A^r) \cdot u_c(W_t^r)$, % |
| Выходная величина | Оценка выходной величины | Суммарная стандартная неопределенность | Коэффициент охвата | Расширенная неопределенность |
| A^r | (3), % | (19), % | 2 | (23), % |

Выводы

1. Рассмотрены методы определения зольности твердого минерального топлива, составлено модельное уравнение, бюджеты неопределенности для аналитического, сухого и рабочего состояния пробы топлива.

2. Разработана процедура обработки результатов и оценивание неопределенности измерений зольности согласно ГОСТ 11022-97 «Топливо твердое минеральное. Методы определения зольности».

3. ГОСТ 11014-81 «Угли бурые, каменные, антрацит и горючие сланцы. Ускоренный метод определения влаги».

4. ГОСТ 27314-91 (ИСО 1170-77) «Топливо твердое минеральное. Обозначение показателей качества и формулы пересчета результатов анализа для различных состояний топлива».

5. ДСТУ-Н РМГ 43:2006 Метрологія. Застосування «Руководства по выражению неопределенности измерений».

6. ДСТУ ISO 5725-6:2005 Точність (правильність і прецизійність) методів та результатів вимірювання. Частина 6. Використання значень точності на практиці (ГОСТ ИСО 5725-6-2003, IDT).

Список литературы

1. ГОСТ 11022-95 (ИСО 1171-97) «Топливо твердое минеральное. Методы определения зольности».

2. ISO/IEC 17025:2005 General requirement for the competence of testing and calibrating laboratories.

Поступила в редколлегию 17.12.2010

Рецензент: д-р техн. наук, проф. И.В. Руженцев, Харьковский национальный университет радиоэлектроники, Харьков.

ОЦІНЮВАННЯ НЕВИЗНАЧЕНОСТІ ВИМІРЮВАНЬ ПРИ ВИЗНАЧЕННІ ЗОЛЬНОСТІ У ТВЕРДОМУ МІНЕРАЛЬНОМУ ПАЛИВІ

І.П. Захаров, О. М. Шевченко

У статті розглянута актуальність визначення зольності твердого палива, проаналізовано визначення зольності на аналітичний, робочий та сухий стан проби палива, наведена схема виконання вимірювання, наведено модельне рівняння, складено бюджет невизначеності, отримані вирази для розрахунку стандартної сумарної та розширеної невизначеності вимірювання, наведені рекомендації по запису результату вимірювання.

Ключові слова: Зольність, невизначеність вимірювань, коефіцієнт покриття, бюджет невизначеності.

MEASUREMENTS UNCERTAINTY EVALUATION AT DETERMINATION ASH IN SOLID MINERAL FUEL

I.P. Zakharov, E.N. Shevchenko

The relevance of the definition of solid fuel ash is considered, an analytical determination of ash content on analytical, working and dry state samples of fuel are analyzed, the circuit of performance measurement is resulted, the modeling equation is made, a budget of uncertainty is drawing up, expressions for calculation of the standard, combined and expanded uncertainty of measurement are received, recommendations on record of result of measurement are resulted.

Keywords: Ash content, uncertainty of measurements, factor of scope, uncertainty budget.