

煤炭采制样精密度检验有关问题的探讨

秦泗成

中国神华能源股份有限公司哈尔乌素露天煤矿选煤厂

[摘要]在采样制样标准的宣贯过程中,大多数学生最难理解和掌握的是采样制样精密度试验的原理,因为采样制样精密度试验是用数理统计方法对实际试验数据进行处理,从而确定精密度是否符合要求。但是采样和制样的相关标准没有详细说明,学生很难理解。抽样精度检验的原理是通过实验计算统计量,然后进行统计判断。而抽样精度检验中样本的总体方差是未知的,抽样精度检验就是检验抽样和检验的方差是否超过已知方差的目标值 V_{PT}^0 。

[关键词]煤炭;采制样;精密度;方差;问题探讨

【DOI】10.12252/j.issn.2096-6261.2020.02.1240

分析了煤炭采制样精密度检验原理等有关问题,结合采制样精密度核验示例,提出了正确核对采制样精密度的方法,指出连续两组10对双份试样的标准差都落在目标置信范围内或优于目标值,则可认为制样和化验精密度符合要求,但其中一组精密度若未达要求,则制样和化验精密度不符合要求。

一、煤炭采制样中的常见问题

1. 对煤炭采制样的重视程度不足。一些企业煤炭采制样的重视程度不足,造成在日常工作中没有对采制样岗位进行足够的资金投入,也没有对其进行有效的监督和检查。甚至一些企业的采制样工作没有被列为技术工作,采制样工作人员的专业素质和文化程度偏低。一些企业为了降低采制样成本,甚至选择没有经过严格培训的员工来进行采制样工作。

2. 采制样程序不够规范。化验单元会受到不同体量的影响而产生差异,由于没有化验单元和体量的概念,在采制样的过程中出现不够规范的现象。在采取和制备试样时,没有完全按照相应的标准,采制样人员的工作具有一定的主观性。如果基本化验单位与规定的标准不符,其往往没有按照规定相应的减少或者增加子样数目,而这造成了在实际的采制样程序中子样的数量与规定不符,在进行干燥、缩分、筛分和破碎时也没有严格按照相应的步骤进行操作。

3. 各地对人工采制样的设备和工具具有不同的规格。按照相应的规定,应该按照被采样煤的标称最大粒度来确定采样工具的直径和大小,以被采样煤标称最大粒度的3倍作为采样工具的最小直径、宽度和长度,并保障每次采取的煤样质量满足相应粒度的最小子样质量要求。然而在实际的操作过程中,采样工具往往达不到相应的尺寸,无法采取原煤中超过150毫米的矸石和煤料,这也导致了频繁出现漏采现象,严重影响了试样的代表性。

4. 采制样方式具有局限性。从总体上而言,机械化采制样具有更好的国标执行力度,能够消除人为因素的影响,其试样也具有更高的代表性,但是由于设备的清扫比较困难,容易出现混样现象。人工采制样是当前大多数焦炭生产企业的主要采制样方式,这是由于煤自身组成的不均匀性会对机械化采制样造成一定的限制。

二、制样精密度检验原理

制样和化验程序(或设备)精密度用核验制样和化验总方差 σ^2 是否超过目标值 V_0^{PT} 的方法进行。制样设备第1个缩分阶段缩分出1对双份试样(留样A和B),然后分别制成试验试样,并测定分析水和灰分;如制样设备不能缩分出1对双份试样,则在制出第1份试样(留样A)后,收集全部弃样并将之返回制样系统,制出第2份试样(留样B)。按此法从10个煤样中缩取(二分器缩分)、制备和化验10对双份试样(留样A和B),此为第1组10对双份试样。测定10对双份试样干基灰分($A_d, \%$),并计算留样A和B之间的差值 $d_i = A_i - B_i$ 。然后按照公式计算标准差 s ,由于 n 对结果差值没有约束限制,所以

以自由度 $f = n$,在统计上可以推断出 $\frac{ns^2}{V_{PT}^0}$ 服从自由度为 n 的 χ^2 分布,标准差 s 在95%概率率下的置信区间为:

$\left\{ \sqrt{\frac{n}{\chi_{2-\alpha, 0.25}^2} \times V_{PT}^0}, \sqrt{\frac{n}{\chi_{2-\alpha, 0.75}^2} \times V_{PT}^0} \right\}$ 当 $n = 10$ 时,即为:

$[0.70 \sqrt{V_{PT}^0}, 1.75 \sqrt{V_{PT}^0}]$ 该范围为以标准差形式表示的方差目标值的95%概率率置信范围。然后将标准差 s 与方差目标值 V_0^{PT} 进行比较:①如实际精密度 s 落在目标值置信范围内,

即 $0.70 \sqrt{V_{PT}^0} < s < 1.75 \sqrt{V_{PT}^0}$ 则精密度符合要求;②如实际精密度值小于目标值置信范围下限,即 $s < 0.70 \sqrt{V_{PT}^0}$ 则可认为精密度优于目标值;③如实际精密度值大于目标值置信范围上限,即 $s > 1.75 \sqrt{V_{PT}^0}$ 则可认为精密度达不到目标值。连续两组10对双份试样的标准差都落在目标值置信范围内或优于目标值,则可认为制样和化验精密度符合要求;其中若有一组精密度达不到要求,则制样和化验精密度不符合要求。

三、采样常见问题分析与对策

1. 煤堆采样。实际工作中,煤堆采样最普遍,但煤堆采样是所有采样方式中代表性最差的一种,尤其是对于较大的煤堆。1) 无论采样人员如何布置,采样点均分布在煤堆表面,煤堆中间无法采取。由于粒度离析与分聚,造成煤堆内部与其表面的品质差异较大,表面采取的总样品质无法代表整批煤。2) GB 475—2008《商品煤样人工采取方法》规定,煤堆采样子样点应按煤堆顶、腰、底分布。通常,采样人员

根据煤堆高低主观选择顶、腰、底的位置布点。煤堆顶部煤样有时无法采取,造成采样系统偏差。顶、腰、底子样点分布比例应根据煤堆形状、粒度分布合理选择。现实中很难有标准锥形煤堆,因此必须根据具体情况灵活操作,一般可按1:3:5的比例布点。3)用于结算的商品煤煤堆或仲裁的煤堆采样,最好在装卸过程中分层采样,或对煤堆迁移并在迁移过程中采样。

2.煤流采样。1)国标对煤流中采样的子样间隔时间有明确规定,但实际操作时往往凭经验确定间隔时间,且每次间隔时间不一致。煤流速度过快,人工在输送带中部或输送带落流处不易采样且存在安全隐患。2)人工采样无法实现一次全断面采取一个子样,一般根据煤流量大小,以1次或分2~3次横截煤流断面采取一个子样,分2次或3次采样时,按左、右或左、中、右的顺序进行,采样部位均不得交错重复,否则会由于粒度偏析而产生系统误差。在以横截带式输送机的煤流方式采样时,采样器必须紧贴输送带或从煤流中移过,采取全断面的煤样,悬空铲取或刮取也会因粒度偏析而使灰分偏高或偏低。建议输送带采样应尽可能安装输送带机械化采样器,可实现一次采取煤流断面,且采样间隔时间均匀,试样代表性强。3)要达到GB 475—2008《商品煤样人工采取方法》规定的采样精确度,首先必须按采样标准确定子样数目。其次每个子样的质量亦必须达到标准所规定的要求;如果子样质量少于规定要求,一个子样就不能代表被采样煤样的粒度组成,不能达到规定的采样精确度。因此,增加子样质量可提高采样精确度,但子样质量太大会为制样带来一定困难。

四、制样常见问题分析与对策

1.人工制样时因人为简化过程,未严格按照标准逐级破碎、筛分、混合、缩分。破碎时应采用逐级破碎的方法,调节破碎机破碎粒度,使大于要求粒度的颗粒破碎,小于要求粒度的颗粒不再重复破碎。每次破碎、缩分前后,仪器和用具都要清扫干净。

2.制备分析煤样时,对全水分超过10%以上的煤样,在制备前要进行初干燥,其目的在于减少煤样水分,使之顺利通过破碎机、筛子、缩分机。但实际操作时,有的操作工为简化工序,直接破碎、过筛、缩分,制样设备未清洁,有混样现象。

3.空气干燥煤样方法不统一。有的采用自然凉干法;有的采用国标推荐的方法,即低于50℃于烘箱中烘烤,且连续1h质量变化不超过0.1%;有的为加快制样时间,提高煤样烘干温度等。不同方法得到的空气干燥基水分不尽相同。对煤样烘干时间控制不严格,使煤样长时间处于高温下,造成煤样氧化,影响煤样的结焦性和黏结性,导致黏结指数和胶质层厚度降低。

4.全水分煤样的制取,既要考虑实验室要求,又要兼顾

煤外在水分的大小。制取全水分煤样时,速度要快,同时尽可能减少通过机器设备的次数,以满足水分损失最小的方法为首选。制取煤样时,不能反复破碎、缩分,否则容易造成煤外在水分流失,使全水分偏低。原始粒度的煤样最好一次破碎就能够在弃样中获得全水分试样。

5.空气干燥基水分仅作为校正和换算用。因此,无论是自然干燥还是空气干燥,只要煤样未被氧化,煤样水分均匀,达到与环境水分平衡,水分大小不会对最终结果产生影响。

6.煤样制成后,应在空气中放置一段时间,使煤样水分与空气水分达到平衡后,装入带有严密磨口玻璃塞或塑料塞的玻璃瓶,一般不超过玻璃瓶容积的3/4,保留一定空间,以便搅拌混合。称量前,煤样应充分混匀,再进行称取、试验,同时在破碎、缩分时要按规定操作。

五、采制样精密度核验示例

1.采样精密度核验。某单位对其例行采样程序(一批煤分为一个采样单元)进行精密度核验,精密度期望值为 $P_0 = 1.0\%$ 。对同一批煤的10个采样单元用双倍子样数双份采样法进行精密度核对。根据试验获得的10对样品干基灰分测定结果($A_d / \%$)之差计算出标准差 $s = 0.37$,采样精密度 $P = 2s = 0.74$,精密度下限 $a_{LP} = 0.70 \times 0.74 = 0.52$,精密度上限 $a_{uP} = 1.75 \times 0.74 = 1.30$,在该批煤以单个采样单元采样下,灰分精密度在95%置信概率下落在0.52%和1.30%范围内,因为 $a_{LP} (0.52\%) < P_0 (1.0\%) < a_{uP} (1.30\%)$,所以该采样方案的精密度符合要求。

2.制样和化验精密度核验。某制样室对其制样程序进行精密度检验,要求制样和化验方差目标值 V_0^{PT} 为0.10。第1组根据10对双份试样灰分测定结果计算的标准差 $s_1 = 0.45$,第2组计算的标准差 $s_2 = 0.50$,以上述试验数据判断其制样的精密度是否达到要求。目标值标准差下限: $a_{LP} = 0.70 \times \sqrt{0.10} = 0.70 \times 0.316 = 0.22$,目标值标准差上限: $a_{uP} = 1.75 \times \sqrt{0.10} = 1.75 \times 0.316 = 0.55$ 因为 $0.22 < s_1 (0.45) < 0.55$,则第1组结果的精密度符合要求。因为 $0.22 < s_2 (0.50) < 0.55$,则第2组结果的精密度亦符合要求。由于两组试验的标准差都在目标值的上下限范围之内,所以可推断该制样和化验的精密度均符合要求。

总之,炼焦企业要提高对煤炭质量的重视,将煤炭质量指标作为一个重要的生产依据,采取有效的措施来提高煤质分析的准确性。要提高对煤炭采制样工作的重视程度,加大管理力度,减少人工误差,从而对煤炭的质量进行保障。

参考文献

- [1]刘英.煤质分析应用技术指南.2019.
- [2]杨华玉.煤炭采制样精密度检验有关问题的探讨[J].煤质技术,2014(5):10-11,20.