

# 发电用煤检测实验室质量控制中应注意的问题

龚兴波 霍肖

北京华科同和科技有限公司

DOI:10.12238/pe.v2i2.7142

**[摘要]** 本文从仪器设备的管理与使用、标准物质的管理与使用、检测结果的质量控制方法等方面进行阐述,提出发电用煤检测实验室质量控制中应注意的若干问题,通过实例论证质量控制的重要性,并给出相关建议,以保证煤质检测能够获得准确可靠的结果。

**[关键词]** 发电用煤; 煤质检测; 质量控制; 标准物质

**中图分类号:** TV734.2 **文献标识码:** A

## Matters Considered by Coal Testing Laboratory for Power Generation in Quality Control

Xingbo Gong Xiao Huo

Beijing Huake Tonghe Technology Co., Ltd

**[Abstract]** This paper expounds the management and use of instruments and equipment, the management and use of reference materials, and the quality control methods of test results, and puts forward some problems that should be paid attention to in the quality control of coal detection laboratory for power generation. The importance of quality control is demonstrated through examples, and relevant suggestions are given to ensure accurate and reliable results of coal quality detection.

**[Key words]** coal for power generation; coal quality detection; quality control; certified reference material

### 引言

发电用煤在煤炭资源消费结构中占重要地位,因此电厂用煤性质检测至关重要<sup>[1]</sup>。煤质检测的目的在于获得准确可靠的检测结果,用以客观地评价煤炭质量。质量控制属于一种技术性的管控活动,根据控制内容的不同所需达到的标准要求也不尽相同<sup>[2]</sup>。作为煤质检测实验室,质量控制是保证检测结果可靠的重要保障。煤质检测实验室质量控制应从过程控制入手,从人员、设备、设施与环境、方法等途径控制过程<sup>[3]</sup>。

笔者所在实验室具有多年的煤质检测经验,总结出了实验室质量控制应注意的若干问题,将从仪器设备、煤标准物质、检测结果等方面进行阐述。

### 1 仪器设备的管理与使用

仪器设备的完好性是保证煤质检测质量获得可靠数据的基础。

#### 1.1 建立仪器设备档案

煤质检测设备具有一定的特殊性,专业性比较强,需建立、健全设备档案。设备档案的主要内容应包括:设备名称、供应商、设备型号、接收日期、检定证书、使用和维修记录等。

#### 1.2 仪器设备维护与特点

仪器设备应定期维护、保养,使仪器设备处于完好状态。良好的维护、保养仪器设备不但能延长的使用寿命,还可以提高测

定数据的可靠性。比如热量计应定期更换内、外筒水;保持温度传感器、水位传感器的清洁,水位传感器结垢不清洁时可能导致水量计量不准,进而影响热值测定的准确性;氧弹使用完毕后擦洗干净并保持空气干燥,可防止电极及内壁腐蚀,氧弹充/放气阀也应定期拆开清洗,更换密封圈,可有效防止积灰过多产生的漏气。

单头氧弹的特点:单头氧弹的特点是充气和放气都在一个通道,用久之后燃烧产生的杂质在放气时会沾在充/放气阀内,充/放气阀内的空间变得狭小,使得在规定时间内充入的氧气量不足,导致煤样燃烧不完全。

充氧量不足可能导致下面现象发生:标定完热容量之后反标苯甲酸结果很好,但反标标准煤样超差。检查煤样的燃烧产物也认定燃烧完全。通过分析认为还有另外一种不完全燃烧的现象,碳本应完全转化成二氧化碳,但一部分碳转化为二氧化碳,少部分转化为一氧化碳,这也是一种不完全燃烧,而且不容易发现,当充氧量不足时就容易造成这种现象发生。

#### 1.3 仪器设备应进行计量检定

对于需检定或校准的仪器设备应定期送检。对于计量部门出具的校准证书和测试证书应根据所测项目的国家标准进行溯源结果确认,确认的目的是该仪器设备能否满足试验要求[1]。

例1,某厂高温炉校准证书结果:

指示温度900℃, 实测为943.6℃, 比指示温度高43.6℃, 而挥发分测定要求900±10℃, 显然该高温炉已不能满足煤中挥发分的测定要求。

另一台指示温度904℃, 实测为891.3℃, 比指示温度低12.7℃, 同样该高温炉不能满足煤中挥发分的测定要求。

例2, 某厂鼓风干燥箱校准证书结果:

指示温度105℃, 实测为104.3℃, 比指示温度低0.7℃。如果使用此设备测定煤中空气干燥基水分, 设定温度为105℃, 则实际温度为104.3℃, 低于测定煤中空气干燥基水分要求的105~110℃下限的要求。显然设定105℃不符合要求, 应设定大于106℃以上才符合测定要求。

例3, 某厂热量计测试证书结果:

准确度测定结果: 2次苯甲酸与其标准值差81J/g, 而检定的判断标准应小于60J/g, 因此该台热量计精密度检测不合格, 不能用于煤的发热量测定。此种情况应对热量计进行检查, 或请厂家进行维修, 找出原因并使热量计正常后再次进行检定。

1.4 仪器设备应做好状态标识。

状态标识一般包括: 检定/校准日期、有效期、检定/校准单位、仪器设备出厂编号(或自编号)使用维护人等。停用设备也应加标识。

1.5 仪器设备定期进行期间核查

在仪器设备检定或校准有效期内, 还应定期用标准物质对仪器设备进行准确度测定, 确保仪器设备处于正常状态。例如, 高温炉每季度用标准煤样进行灰分和挥发分的测定, 测硫仪每次测定前进行标准煤样的测试, 热量计最好每星期进行一次标准物质的测试。

1.6 仪器设备的使用

充分掌握所用仪器设备的性能特点, 有些是在使用过程中发现的一些特点。有的仪器设备测定标准物质长期偏低或偏高, 有的长时间运行可能出现偏差越来越大的情况, 则该设备就不适合长时间运行, 这就需要使用者在使用中不断摸索, 使设备处于最佳状态。

## 2 标准物质的管理与使用

标准物质对于煤质检测的精密度和准确度控制有重要作用。

2.1 用于煤质检测的标准物质类别

用于煤质检测的主要标准物质有: 标准苯甲酸、标准煤样、标准灰样。标准灰样有2种, 一种用于灰熔点的测定, 一种用于煤灰成分分析。

2.2 标准煤样主要的国内供应商及有效期差异(如表1所示)

表1 标准煤样主要的国内供应商及有效期差异

| 供应商           | 标准煤样有效期 | 定值单位           |
|---------------|---------|----------------|
| 国家煤炭质量监督检验中心  | 1年      | 以煤炭系统单位为主      |
| 武汉大学资源与环境科学学院 | 2年      | 以9家电科院为主       |
| 济南众标科技有限公司    | 1年      | 煤炭、电力、钢铁、大学实验室 |

2.3 标准物质的管理

2.3.1 建立标准物质档案

标准物质档案内容应有: 标准物质名称、供应商、标准物质标号、购买日期、标准物质证书、有效期等。

2.3.2 标准煤样的采购

在采购标准煤样前, 应根据本厂燃煤的含硫量、发热量的大致范围选择相应的标准煤样, 也就是所选标准煤样各项数值一定要包含未知煤样的各项数值范围。比如本厂来煤的含硫量最大为1.5%, 最小为0.5%, 那么最少要选择3种标准煤样, 每0.5%为一档, 应采购含硫量1.5%、1.0%、0.5%左右的标准煤样。

2.3.3 标准物质的存放

标准物质应正确存放, 存放不当可能引起标准值变化而失去标准物质的校准仪器设备的作用。

标准苯甲酸、标准灰样应存放在干燥器内, 标准苯甲酸最好存放在盛有浓硫酸的干燥器内。虽然苯甲酸在空气中的吸性很低, 但在空气中存放较长时间后也少量吸收空气中的水分。在标定热量计的热容量时, 使用经过干燥后的苯甲酸燃烧效果较好, 可有效避免不完全燃烧现象。

标准煤样在空气中自然放置即可, 不能存放在干燥器内。这是由煤的特性及测定方法决定的。煤的试验要求所测煤样在测试之前要达到空气干燥状态, 也就是与空气湿度达到平衡状态, 而煤样存放在干燥器内时, 煤样将逐渐失去部分水分, 与空气湿度处于不平衡状态, 当称量煤样时煤样重新吸收空气中的水分, 造成称量不准确, 也就造成分析结果的不准确。

2.3.4 标准煤样的使用

(1) 标准煤样的用途。①用于燃煤监督试验的质量控制, 以保证发电企业燃煤分析各项测定结果的准确性。②用于考核煤质检验人员的技术水平, 如考取上岗证、技能考核及技术比武等。③用于考核各燃煤化验室的测试水平, 以检验各化验室的质量控制水平。④用于新仪器性能评价或鉴定及新的试验方法评价。

(2) 避免使用过期标准煤样。如果标准煤样超过有效期, 可向供应商索取新的定值证书。若所持标准煤样有新的定值证书, 可按新的定值数据继续使用, 否则该标准煤样不能继续使用。

对于某种标准煤样, 即使在有效期范围内, 在后期其标准值也有所下降, 个别标准煤样也会出问题, 在使用时应引起重视<sup>[2]</sup>。

标准煤样在购买之后应立即在瓶上注明有效期, 防止超期使用。

(3) 试验过程中加标准煤样控制准确度。在测定未知煤样的过程中加标准煤样作为参比, 若标准煤样的测定值在其不确定度范围内, 则未知煤样也可获得较高的准确性。如测定煤中挥发份时在同一炉中放入标准煤样一同测定, 若标准煤样测定值在其不确定度范围内, 则可以认定其它煤样的挥发分测定结果也是可靠的。同理, 灰熔点测定时也可以在同一炉内加标准灰样作为参比样。

(4)检测样品前、后测定标准煤样控制准确度。在检测煤样前测定标准煤样1~2次,若其测定值在标准煤样的不确定度范围内,则可继续测定未知煤样,否则,需校准设备再行测定。在未知煤样测定完之后再次测定1~2次标准煤样,若其测定值在标准煤样的不确定度范围内,则证明未知煤样的测定值具有较高的可靠性。

### 3 检测结果的质量控制方法

#### 3.1同一方法不同仪器重复性检测

使用同一台热量计检测同一样品有时会发生以下问题:2次重复性测定结果很好,满足同一试验室重复性限,但其平均值与实际值有较大的偏离。测定未知样品时不容易发现此问题,只有在测定标准煤样时才能发现。出现此种问题的原因包括前面所述的氧弹充/放气阀堵塞和水位传感器较脏等。

为了避免上述现象的出现,可采用不同型号的热量计分别测定同一样品各1次的方法,允许套用同一试验室重复性限规定,以控制精密度。虽然重复性限要求更严格一些,但测定结果的可靠性较高。从笔者试验室多年的试验来讲,效果非常好。

#### 3.2比对试验

目的是通过实验室之间的比对活动,综合考察实验室的检测能力,确保检测数据准确可靠。实验室间比对是按照预先规定的条件,由两个或多个实验室对相同或类似被测物品进行校准/检测的组织、实施和评价的活动。

##### 3.2.1比对试验注意事项

比对试验煤样一定要达到空气干燥状态;煤样的缩分一定要用二分器或用棋盘法缩分。

比对试验要预先规定条件。多个实验室比对要制定作业指导书。作业指导书主要内容应包括:测定项目、试验标准、试验要求、试验时间、数据处理和结果报告等。

##### 3.2.2规定检测方法的重要性

对于煤的比对试验,不但要规定检测标准,还要规定检测方法。有些标准中有多种检测方法,如测定全水分和空气干燥基水分有通氮干燥法、空气干燥法和微波干燥法等;煤中灰分测定

有缓慢灰化法、快速灰化法和自动工业分析仪法等。不同方法之间的测定结果略有差异,有些差异相对较大,如灰分测定的缓慢灰化法和快速灰化法之间,最高可达0.5%左右。因此,要避免检测方法的不同带来检测结果的差异,有必要规定检测方法。

#### 3.2.3入厂煤化验室与入炉煤化验室间比对试验

入厂煤化验室与入炉煤化验室间进行比对试验,既可以提高双方检测数据的可靠性,还能起到相互监督的作用。

当双方化验数据在不同实验室的再现性范围内时,说明两化验室的检测数据准确可靠;当双方化验数据存在明显差异时,不好评价到底哪个化验室数据更接近真实值,需第三方化验室进行仲裁试验,以确定哪一方化验室的数据更准确可靠。鉴于会出现此种情况,不如用标准煤样进行比对试验,这样对试验结果的评价带来方便<sup>[3]</sup>。

### 4 结论

煤质检测实验室质量控制对检测数据的准确性起着至关重要的作用,实验技术人员的技术水平和经验积累、仪器设备的定期维护和保养都是需要注意的环节。文中阐述实验室质量控制方面的经验积累可能还有些不足,希望各煤质实验室在工作中相互借鉴共同总结出好的煤质检测实验室质量控制方案。

### [参考文献]

[1]王贻蕊.发电厂用煤的煤质特征分析[J].煤,2019,28(10):89-92.

[2]赖新桂.浅析化学分析实验室质量控制[J].云南化工,2019,46(8):103-104.

[3]王兴无,李春艳.煤质检测实验室质量控制[J].煤质技术,2007,(03):14-16.

### 作者简介:

龚兴波(1976--),男,汉族,河北唐山人,本科,工程师,研究方向:煤质分析与检测。

霍肖(1992--),男,河北保定人,本科,工程师,研究方向:水质分析与检测。