

# 煤质检测室自动热量计期间核查研究

石 岩

(云南省煤炭产品质量监督检验站,云南 曲靖 655000)

**摘要:**在煤质检测项目中,发热量的指标常常作为供需双方的结算依据。为了提高热量计的测试精度,需要进行期间核查。笔者根据相关的检测标准结合实验室实际检测经验,系统介绍了如何编写好期间核查作业指导书、怎样做好期间核查记录以及如何编制好期间核查记录,最后指出了在期间核查过程中需要注意的问题。

**关键词:**煤质; 热量计; 期间核查

中图分类号:TB941;TD849

文献标识码:A

文章编号:1006-6772(2011)06-0117-03

## 1 期间核查的重要性

仪器设备的准确性是检测结果准确的重要保证,《ISO/IEC17025:2005 检测和校准实验室能力认可准则》要求:实验室有必要在测量设备相邻两次校准或检定期间,采用可信的方法对其使用功能及测量性能进行期间核查,以验证测量设备校准状态的可信程度<sup>[1]</sup>。

期间核查不是一般的功能检查,更不是缩短检定/校准周期,其目的是在两次正式检定/校准的间隔期间防止使用不符合技术规范要求的设备。期间核查的目的是了解仪器的精度和准确度是否有变化,也是对从上次检定到本次核查的仪器状态作出客观的评价<sup>[2]</sup>。

热量计使用频率高,容易受环境条件影响而导致其性能的改变,从而直接影响检测结果的准确性。因此热量计必须列入期间核查设备中并按照核查计划进行期间核查。本文介绍了如何编写好作业指导书、做好核查记录、编制核查报告并举例论述如何做好热量计的期间核查。

## 2 期间核查的方法

### 2.1 编写好期间核查作业指导书

期间核查作业指导书是指导操作人员做好期

间核查的可操作性文件。其内容应包括:目的、范围、依据、职责、核查实施条件及要求、核查方法等。

#### 2.1.1 目的

热量计的期间核查不是热容量和仪器常数的标定。其目的是为了保证热量计的正常运行,正确对仪器进行运行中检查,确保检测数据的准确、可靠,特制定的方法。核查频次一般为2~3次/a。

#### 2.1.2 范围

只适用于热量计仪器的期间核查。

#### 2.1.3 依据

尽量采用国标和有关测定仪通用技术条件的标准和厂家提供的仪器使用说明书。对于煤质实验室的热量计,依据是:GB/T 213—2008《煤的发热量测定方法》、《期间核查程序》、《期间核查计划》、《仪器使用说明书》。

#### 2.1.4 职责

规定各相关部门负责人的职责,即何时需对何种仪器做期间核查、由哪个部门安排、哪个部门实施、具体由哪位检测人员进行操作,期间核查做完后其数据由哪些人员进行分析并对仪器的运行状况作出综合评价。

#### 2.1.5 核查实施条件及要求

参照项目的国家标准和有关仪器的技术条件的要求对实施条件作出要求。一般有对电源电压、

收稿日期:2011-07-27 责任编辑:宫在芹

作者简介:石 岩(1969—),女,云南曲靖人,高级工程师,从事煤质技术工作。

环境条件以及对期间核查所用标准物质的要求。

2.1.6 核查步骤

(1) 热量计开机,预热 30 min,打开自动热量计程序,分别点击“热容量测定”和“发热量测定”,调出“开始程序”,热量计显示器出现“请做好试验准备”,准备好后,可以开始试验。

(2) 填写《期间核查记录表》,详细记录仪器设备名称、型号、编号及核查日期。

(3) 核查方法:外校准。

(4) 期间核查实施条件及要求<sup>[3]</sup>

①电源电压为(220±22)V,频率为(50±1)Hz,一定要带有电源地线,供电电路中无强电磁干扰源。

②进行发热量测定的实验室应为单独房间,不应在同一房内进行其他试验项目。

③室温应保持相对稳定,每次测定室温变化不应超过1℃,室温在15~30℃为宜;湿度<85%RH。

④室内应无强烈的空气对流,因此不应有强烈的热源、冷源和风扇等,试验过程中应避免开启门窗。

⑤实验室最好朝北,以避免阳光照射,热量计应放在不受阳光直射的地方。

⑥所使用的标准物质必须经权威计量机构检定合格并附有标准值的二等或二等以上的苯甲酸。

2.1.7 核查方法和结果判定

根据 GB/T 213—2008《煤的发热量测定方法》对自动热量计进行期间核查,需核查的项目有:测试精密度、准确度。

(1) 热量计测试精密度的核查:

5次苯甲酸重复测定结果的相对标准差≤0.20%。

(2) 热量计准确度的核查:

用苯甲酸作为样品进行5次发热量测定,其平均值与标准值之差≤50 J/g。

当仪器测试精密度、准确度符合上述要求时,

则可作出该仪器期间核查合格的结论。

2.2 做好期间核查记录

期间核查记录决定着是否能对运行中的仪器设备作出正确的评价。检测人员在做完核查后,应将相关记录、数据填入《期间核查记录表》。期间核查记录表的内容应包括:核查内容、标准物质编号、核查依据、核查所用仪器设备、核查过程记录、期间核查结果、审核人和技术负责人的意见。

2.3 编制好期间核查报告

根据核查结果,编制出规范的期间核查报告,如核查结果符合判定要求,证明该仪器在正常状态中运行,可继续使用;如核查结果不符合判定要求,应停用,并及时通知相关部门组织维修,维修后的仪器须经检查,达到技术性能要求后才能使用。

现以型号为5E-AC的自动热量计期间核查为例,对热量计测试精密度、准确度的核查计算,说明期间核查方法的运用。

(1) 核查条件

①根据期间核查年度计划,由云南省煤炭产品质量监督检验站检测室对热量计进行期间核查,对其运行状况作出评价。

②环境条件:温度20℃,湿度57%RH。

③核查标准:经权威计量机构检定合格并附有标准值的二等或二等以上的苯甲酸。

(2) 操作步骤

①热量计开机,预热30 min,打开自动热量计程序,调出“开始程序”。

②点击“热容量测定”,热量计显示器出现“请做好试验准备”。用苯甲酸重复测定5次,表1为5次热容量的测试结果。

③点击“发热量测定”,热量计显示器出现“请做好试验准备”。用苯甲酸重复测定5次,记录每次的测试结果,见表2。

表1 热容量测定结果

						J/K
次数	1	2	3	4	5	$\bar{E}$
测定结果 $E$	10773	10780	10761	10772	10800	10777

$$S = \sqrt{\frac{\sum E_i^2 - \frac{1}{n}(\sum E_i)^2}{n-1}} = 14.4465$$

$$\text{相对标准差} = (S/\bar{E}) \times 100 = 0.13\% \leq 0.20\% \text{ 精密度符合要求。}$$

表2 发热量测定结果

次数	1	2	3	4	5	$\bar{Q}$	$Q_{\text{标准值}}$
测定结果	26482	26503	26495	26600	26559	26528	26517

因为  $|\bar{Q} - Q_{\text{标准值}}| = 11 \text{ J/g} \leq 50 \text{ J/g}$  ,准确度符合要求。

通过计算,被核查热量计的核查结果满足期间核查方法中规定的判定结果的要求,型号为 5E-AC 的自动热量计期间核查合格,该仪器可继续使用。如核查结果不符合判定要求,应停用,并及时通知相关部门组织维修,维修后的仪器须经检查达到技术性能要求后方可使用。

### 3 结 语

自动热量计因其外筒水的温度易受室温的影响而产生波动,导致检测结果的不准确,故建议在

房间内装空调调节室温;热量计的期间核查最好在两次热容量的标定期间内进行,防止使用不符合技术规范要求的设备,保证仪器设备的正常运行,确保检测结果准确性。

参考文献:

- [1] ISO/IEC17025:2005,检测和校准实验室能力认可准则[S].
- [2] 国家认证认可监督管理委员会.实验室资质认定工作指南(第2版)[M].北京:中国计量出版社,2007.
- [3] GB/T 213—2008,煤的发热量测定方法[S].

## Research on automatic calorimeter intermediate checks in coal property test laboratory

SHI Yan

(Yunnan Quality Control & Inspection Station of Coal Products, Qujing 655000, China)

**Abstract:** Calorific value indicator is commonly used as the basis of settlement between the demand and supply in coal property test items. In order to improve the measuring accuracy, the calorimeter needs intermediate checks. Using relevant detecting standards and practical detecting experience, introduced how to write operation instruction of intermediate checks, take notes in the process and write intermediate checks. At last, point out several issues that attention need to be paid to.

**Key words:** coal property; calorimeter; intermediate checks

(上接第 116 页)

## Characteristics of oil and gas distribution of belt WZ in Gabon block G4-188

WU De-jun

(Mudlogging Company of East China Petroleum Bureau, SINOPEC Zhenjiang 212009, China)

**Abstract:** Oil and gas is abundant in belt WZ of Carbon block G4-188. The focus is moving from exploration to exploitation which is more important. Based on the areal geology data, combining with data of drill program and mudlogging, analyze oil and gas shows and distribution in every position. The results show that PG group isn't oil and gas producing formation, U. PC group is typical gas producing formation. L. PC group and Anguille group are typical high pressure reservoirs which have better oil and gas shows and formation pressure is higher. The study provides the reference for the development of this block and the exploration of other blocks.

**Key words:** Gabon; block G4-188; belt WZ; oil and gas shows; oil and gas distribution