

УДК 006.9:662.749.2:548.75

ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ ВЛАЖНОСТИ КОКСА МЕТОДОМ ИК-СПЕКТРОСКОПИИ

С.В.Медведевских, М.Ю.Медведевских, Л.К.Неудачина¹, Е.П.Собина¹
 ФГУП Уральский научно-исследовательский институт метрологии
 62000, Екатеринбург, ГСП-824, Красноармейская, 4
 metrology@somet.ru

¹Уральский государственный университет им. А.М.Горького
 620083, Екатеринбург, пр.Ленина, 51

Поступила в редакцию 17 ноября 2005 г.

В работе проведено исследование влияния размера частиц кокса и расстояния между оптическим блоком и анализируемым продуктом на результаты измерения влажности кокса поточным ИК-влажномером в лабораторных условиях. Построена зависимость модуля абсолютной погрешности измерения влажности от размера частиц кокса и расстояния между оптическим блоком и анализируемым продуктом. Установлена область их значений, в пределах которой погрешность измерения влажности поточным ИК-влажномером не превышает погрешность стандартного метода.

Медведевских Сергей Викторович – заместитель директора по научной работе Уральского научно-исследовательского института метрологии, кандидат технических наук.

Область научных интересов: термогравиметрический анализ, метрологическое обеспечение влагометрии твердых веществ и материалов.

Автор более 50 опубликованных работ.

Медведевских Мария Юрьевна – заместитель заведующего лабораторией метрологического обеспечения сертификационных испытаний веществ и материалов Уральского научно-исследовательского института метрологии.

Область научных интересов: термогравиметрический анализ, метрологическое обеспечение влагометрии твердых веществ и материалов, вопросы измерений массы и объема.

Автор 5 печатных работ, более 100 нормативных документов в системе обеспечения единства измерений.

Неудачина Людмила Константиновна – зав. кафедрой аналитической химии Уральского государственного университета, профессор, кандидат химических наук.

Область научных интересов: комплексообразование ионов различных элементов с органическими и неорганическими лигандами, сорбционные свойства органических и неорганических ионообменных материалов и их применение в аналитических целях.

Автор 70 научных публикаций, в том числе 2 авторских свидетельств и 2 патентов РФ.

Собина Егор Павлович – аспирант химического факультета Уральского государственного университета.

Область научных интересов: спектральные методы анализа, физико-химические методы определения влажности твердых веществ.

В настоящее время для измерения влажности твердых веществ в технологических потоках их производства и переработки широкое распространение получили автоматические влагомеры различных принципов действия. В металлургическом производстве для управления процессом получения агломерата с помощью поточных вла-

гомеров можно непрерывно контролировать влажность измельченного кокса, который называется в производстве "кокстик". При этом градуировку поточного влагомера необходимо проводить с учетом обусловленного нестабильностью производственного процесса случайного разброса значений различных факторов, влияющих на

погрешность измерения влажности.

Известно, что результаты измерения влажности с помощью поточного ИК-влажмера зависят от размера частиц d анализируемого вещества и расстояния h от поверхности контролируемого материала до объектива датчика влагомера [1-3]. Эти параметры необходимо учитывать при оценке погрешности измерений влажности с помощью ИК-влажмера. При измерении влажности кокса в условиях металлургического производства этот учет затруднен, так как существует случайный разброс гранулометрического состава кокса и высоты слоя кокса, находящегося на ленте транспортера, следовательно, величины d и h также меняются случайным образом. В этой связи конструкцию поточных ИК-влажмеров стараются разработать так, чтобы их метрологические характеристики оставались постоянными при изменении d и h в заданных пределах. Однако при градуировке и оценке погрешности измерения влажности на поточном ИК-влажмере влия-

ние данных факторов не учитывают, что может привести к большим расхождениям между результатами измерений, полученных на поточном ИК-влажмере и стандартным воздушно-тепловым методом.

Градуировка поточного ИК-влажмера ММ 710 фирмы "Infrared Engineering" (Великобритания) в лабораторных условиях произведена для кокса в диапазоне значений влажности 15–28%. Разработчики поточного ИК-влажмера ММ 710 указывают, что расстояние между оптическим блоком и анализируемым продуктом может варьироваться в диапазоне 250 ± 100 мм. В связи с этим градуировка ИК-влажмера ММ 710 производилась на расстоянии 250 мм между оптическим блоком и анализируемым продуктом. При этом использовалась фракция кокса с размером частиц (0,5–1) мм. Градуировочная характеристика, полученная по методу наименьших квадратов, представлена на рис. 1.

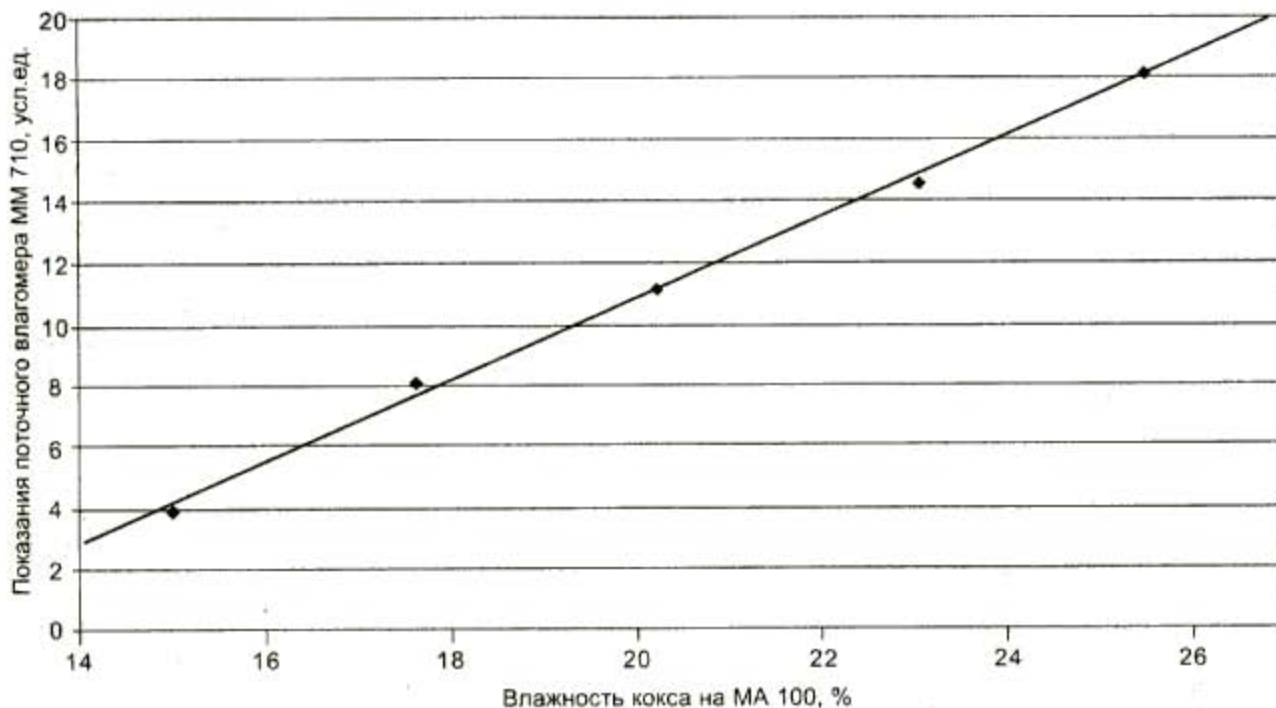


Рис. 1. Градуировочная характеристика поточного ИК-влажмера ММ 710 для измерения влажности кокса

Для исследования влияния расстояния и размера частиц на погрешность ИК-влажмера ММ 710 при измерении влажности кокса образец с исходной влажностью 20,5% был выдержан в герметичной кювете в течение трех суток для кондиционирования. Для получения трех фракций кокса (0–0,5); (0,5–1); (1–1,7) мм проводили рассев подготовленной пробы с помощью набора сит. Влажность полученных проб трижды измеряли с помощью поточного ИК-влажмера ММ 710 на

трех различных расстояниях между оптическим блоком и анализируемым продуктом. В дальнейшем методом регрессионного анализа [4] строили модель модуля оценки погрешности ИК-влажмера в виде модели первого порядка:

$$\Delta = |y - W| = b_0 + b_1 d + b_2 h \quad (1)$$

где y - значение влажности кокса на отградуированном ИК-влажмере ММ710, %; W - действительное значение влажности кокса (в качестве

оценки действительного значения влажности кокса использовали среднеарифметическое двух параллельных определений с помощью термогравиметрического влагомера МА 100), %; d – размер частиц кокса, мм; h – расстояние между оптическим блоком и анализируемым продуктом, мм; b_i – значения коэффициентов регрессии.

Далее были проведены проверки гипотез об адекватности модели и о статистической значимости коэффициентов регрессии в уравнении (1). Экспериментальные данные обрабатывались с помощью программы Statistica 6.0 и после вычисления коэффициентов регрессии уравнение (1) имеет вид:

$$\Delta = 0,7002 - 0,2200d - 0,0009h \quad (2)$$

Остаточная дисперсия для построенной модели (2) оказалась равна 0,0213. Модель погрешности можно уточнить, если построить ее в виде полинома второго порядка:

$$\Delta = b_0 + b_1d + b_2h + b_{12}dh + b_{11}d^2 + b_{22}h^2 \quad (3)$$

где b_i и b_{ij} – значения коэффициентов регрессии.

После вычисления коэффициентов регрессии уравнение (3) имеет вид:

$$\Delta = 1,6323 - 1,5979d - 0,0059h - 0,0011dh + 0,8689d^2 + 0,0001h^2 \quad (4)$$

Проведены проверки гипотез об адекватности модели и о статистической значимости коэффициентов регрессии в уравнении (4). После исключения статистически незначимых коэффициентов снова была проверена гипотеза об адекватности модели и с учетом не значимости коэффициента регрессии b_{12} модель (4) принимает вид:

$$\Delta = 1,6323 - 1,5979d - 0,0059h + 0,8689d^2 + 0,0001h^2 \quad (5)$$

Остаточная дисперсия для модели (5) равна 0,0021. В дальнейшем в усложнении модели погрешности нет необходимости, так как при таком значении остаточной дисперсии отклонения погрешности результатов измерений влажности от регрессионной модели (5) находятся на уровне случайного разброса показаний самого ИК-влагомера ММ 710. Соответствующая зависимость модуля погрешности измерений от d и h , представлена на рис.2.

Как и ожидалось, при отклонении значений влияющих факторов от их величин в процессе градуировки погрешность измерения влажности с помощью ИК-влагомера ММ 710 увеличивается. Это связано с тем, что для частиц с меньшим размером меняется упаковка отражающей поверх-

ности. Она становится более равномерной, что обеспечивает большее отражение. С увеличением размера частиц проявляется различие в строении поверхностного слоя, т.е. появляются крупные выпуклости и впадины [3].

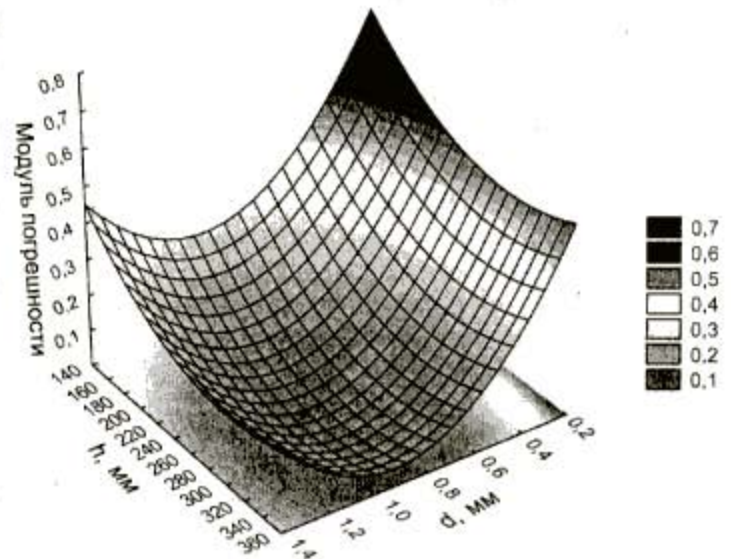


Рис.2. Зависимость модуля погрешности измерения влажности кокса от d и h .

В реальном технологическом потоке влажность кокса приблизительно 20 % и если учесть, что расстояние между оптическим блоком и анализируемым продуктом может варьироваться в диапазоне 250 ± 100 мм, размер частиц варьируется от 0,3 до 1,8 мм, тогда из модели (5) следует, что модуль погрешности имеет максимальные значения при размере частиц кокса $d=0,3$ мм и расстоянии между оптическим блоком и анализируемым продуктом $h=150$ мм: $\Delta_{max} = \max_{d=0,3; h=150} \Delta(d; h) = 0,57\%$, т.е. даже в самом неблагоприятном сочетании влияющих факторов d и h разность между измерениями влажности кокса не превышает 0,57 %.

При самом благоприятном сочетании влияющих факторов, т.е. при $d=0,92$ мм и $h=293$ мм из модели (5) следует, что минимальное значение модуля погрешности равно $\Delta_{min} = \min_{d=0,92; h=293} \Delta(d; h) = 0,04\%$. Таким образом, в данной работе, построена математическая модель, описывающая зависимость модуля абсолютной погрешности измерения влажности кокса на поточном ИК-влагомере ММ 710 от значений размера частиц d и расстояния h между оптическим блоком и анализируемым продуктом, позволяющая исследовать влияние данных факторов на величину погрешности.

Анализ модели (5) показал, что даже в лабораторных условиях на результаты измерения влаж-

ности кокса с помощью ИК-влажмера ММ 710, колебания величин d и h могут оказывать значимое влияние. Поэтому при измерении влажности кокса в технологическом потоке, когда значения этих факторов меняются случайным образом, тем более их влияние необходимо учитывать при градуировке и оценке погрешности результатов измерений.

Установлено, что в области значений $d \in [0,66; 1,17]$ мм и $h \in [150; 350]$ мм абсолютная погрешность измерения влажности кокса на ИК-влажмере ММ 710 не будет превышать 0,3%, что соответствует требованиям, которые указаны в стандарте на измерение влажности кокса воздушно-тепловым методом.

Обнаружено наличие локального минимума в выражении погрешности (5), что показывает

принципиальную возможность минимизации различными способами погрешности измерения влажности с помощью поточного ИК-влажмера ММ 710. Например, из модели (5) следует, что погрешность уменьшается с увеличением расстояния между оптическим блоком и анализируемым продуктом. Поэтому в практическом использовании на технологической линии можно рекомендовать устанавливать ИК-влажмер на больших расстояниях между оптическим блоком и анализируемым продуктом, а также использовать выравнивающее устройство, что позволит не учитывать влияние расстояния h .

Достаточная общность результатов, полученных в данной работе, позволяет надеяться на их применимость для случаев других типов ИК-влажмеров и различных видов веществ и материалов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Берлинер М.А. Измерения влажности. М.: Энергия, 1973. 400 с.
2. Корсунский М.Д., Векслер А.К. Влагомеры для древесной стружки. М.: Лесная промышленность, 1987. 88 с.
3. Афанасьев А.Е. Физические основы ИК влагометрии торфа / А.Е.Афанасьев, А.Г.Архипов, И.И.Цветков // Измерительная техника. 1986. №2. С. 55-57.
4. Демиденко Е.З. Линейная и нелинейная регрессии. М.: Финансы и статистика, 1981. 302 с.

* * * * *

INACCURACY OF MEASUREMENTS OF MOISTURE OF COKE BY THE METHOD OF THE IR SPECTROSCOPY

S.V.Medvedevskikh, M.J.Medvedevskikh, L.K.Neudachina, E.P.Sobina

Investigation of influence of size of particles of coke and distance between the optical block and analyzed substances on measurement of moisture in coke using IR moisture meter was carried out. The dependence of the absolute inaccuracy of measurement of moisture on a size of particles of coke and distance between the optical block and analyzed substances has founded. The range of the values of the distances and size of particles within the inaccuracy of measurements of moisture did not exceed the error of the reference method has been determined.