

# 空气透过法测定三氧化二锑中平均粒度的不确定度评定

肖丽霞 (广西华锑科技有限公司检测中心, 广西 南宁 530006)

**摘要:** 分析了空气透过法测定三氧化二锑中平均粒度含量的不确定度来源, 对不确定度各分量进行了评定并合成。本次测量的扩展不确定度为 0.06 $\mu\text{m}$  (平均粒度值为 0.86 $\mu\text{m}$ , 包含因子  $k=2$ )。

**关键词:** 空气透过法; 三氧化二锑; 平均粒度; 不确定度

粒度是三氧化二锑最重要、最基本的特性之一, 粒度的大小会影响到三氧化二锑的白度, 同时也会对添加到各种塑料基材力学性能和阻燃性能有影响。其结果的准确性受很多因素的影响, 为了更准确地测定三氧化二锑中的粒度, 本文采用平均粒度仪来测定三氧化二锑中的粒度数值, 分析测试过程中各种因素对粒度的影响并对测量结果的不确定度进行分析探讨, 以利于更好地指导检测工作, 使检测结果更具可信性。

## 1 实验方法

### 1.1 红宝石标准管的校准

接通电源, 运转 3min, 装上空试样管, 调整泄气阀, 使垂直压力计水柱水位稳定在仪器所规定的定值范围, 水柱式稳压计中的竖管冒泡速度控制为每秒钟冒 3~4 个气泡。U 型压力计外管水位逐渐上升, 达到规定的水位高度。然后换上红宝石标准管, 运转 5min, 调整精密阀, 使 U 型压力计外管水柱水位读数与所标定的红宝石精准管的值一致。

### 1.2 测定步骤

将一片略大于试样管横截面的圆形滤纸放在试样管的一端, 用一多孔塞将带孔的一端接触滤纸压入试管内, 然后将试样管竖起放置于橡皮支承座上, 保持滤纸在塞子的上方。称取 5.70g 氧化锑, 精确到 0.01g。借助粉末漏斗, 将已称好的试样注入试样管内, 轻拍试样管和漏斗边沿 2 至 3 次, 使粉末试样完全注入试样管内, 然后将另一片滤纸放在试样管口上, 压入另一个多孔塞, 使其一起进入试样管内。将试样管置于压样台上, 慢慢施加压力, 直到测高尺上的读数在所计算出发 L 值范围内, 并维持 10s 使粉末床稳定, 读出 L 值。移除试样管, 小心勿将试样震散, 接入气路系统, 确保试样管两端密封不漏气。启动空气泵, U 型压力计外管内的液面逐渐上升, 运行至少 5min, 待 U 型压力计外管内的液面稳定后, 移动测高尺游标, 使其指针与 U 型压力计外管的水位弯月面对齐, 读出测高尺所示值 H。

## 2 主要仪器

平均粒度测试仪, 丹东华宇 WLP-216;

电子天平, sartorius CP224S。

## 3 测量过程数学模型

三氧化二锑中平均粒度的计算, 数值以  $\mu\text{m}$  表示:

$$D_x = \frac{C \cdot L \cdot M}{D} \sqrt{\frac{F}{(P-F)(A \cdot L - \frac{M}{D})}}$$

式中: D- 粉末平均粒度, 单位为微米 ( $\mu\text{m}$ ); L- 粉末试样层高度, 单位为厘米 (cm); C- 仪器常数, 3.8; F- 粉末试样层后端压力  $F=2H$ , 单位为厘米水柱 (cm/);

P- 粉末试样层前端压力 P, 单位为厘米水柱; M- 粉末试样的质量, 单位为克 (g); D- 粉末试样的有效密度, 单位为克每立方厘米 ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )。

## 4 识别和分析不确定度来源

按空气透过法测量三氧化二锑中的平均粒度, 在测量不确定度评价中只考虑与实验有关的不确定度分量, 不考虑该法本身的误差。本次评定主要考虑 A 类不确定度 (称量过程、测试重复性的标准偏差) 和 B 类不确定度 (测试设备引入的不确定度)。不确定度来源主要有:

①样品在称量过程中产生的不确定度  $u_r(m)$ ; ②平均平均粒度仪引入的不确定度  $u_r(y)$ ; ③测量重复性引入的不确定度  $u_r(\bar{w})$ 。

## 5 不确定度分量的评定

### 5.1 样品在称量过程中产生的不确定度 $U_r(m)$

本方法称取 5.70g 三氧化二锑样品, 根据 JJG1036-2008 国家计量检定规程: 电子天平 [S]。称量 50g 以下, 所用天平最大允许差 (MPE) 为  $\pm 0.5\text{mg}$ , 样品质量是由两次称量 (皮重和毛重) 所得, 天平线性最大允许误差为矩形分布, 则称量天平的最大允许误差引入的不确定度为:

$$u_1(m) = 0.5 / \sqrt{3} = 0.289\text{mg}$$

由于称量过程中采用二次称重, 两者的线性影响不相关, 天平引起不确定度为:

$$u(m) = \sqrt{2} u_1(m) = 0.408\text{mg}$$

其相对标准不确定度为:

$$u_r(m) = u(m) / m = 0.000071$$

### 5.2 平均粒度仪引入的不确定度分量 $U_r(y)$

平均粒度仪引入的不确定度来源于仪器校准的不确定度  $u(Y_1)$  和仪器测量的不确定度  $u(y_2)$ 。根据平均粒度仪使用说明书给出的主要技术指标: 测量精度是  $\pm 3\%$ , 重复性最大误差是 3%,

#### 5.2.1 $u(Y_1)$

仪器校准的扩展不确定度为  $U_{95}=0.002$ , 以正态分布估计, 则标准不确定度为:

$$u(Y_1) = 0.002/2 = 0.001$$

#### 5.2.2 $u(Y_2)$

①费氏粒度仪测量精度是 0.03, 以矩形分布估计, 则:

$$u(Y_{21}) = 0.03 / \sqrt{3} = 0.0173$$

②测量重复性最大误差是 0.03, 以矩形分布估计, 则:

$$u(Y_{22}) = 0.03 / \sqrt{3} = 0.0173$$

合成仪器测量的不确定度为:

$$u(Y_2) = \sqrt{(u(Y_{21}))^2 + (u(Y_{22}))^2} \\ = \sqrt{(0.0173)^2 + (0.0173)^2} \\ = 0.0245$$

平均粒度仪引入的不确定度:

$$u(Y) = \sqrt{(u(Y_1))^2 + (u(Y_2))^2}$$

$$= \sqrt{(0.001)^2 + (0.0245)^2}$$

$$= 0.0245$$

平均粒度仪引入的相对标准不确定度:

$$U_r(Y) = u(Y) / \bar{w} = 0.0288$$

### 5.3 测量重复性引入的不确定度分量

在重复性条件下,对样品进行了10次独立测试,氧化锑的平均粒度分别为0.87 $\mu\text{m}$ 、0.85 $\mu\text{m}$ 、0.87 $\mu\text{m}$ 、0.87 $\mu\text{m}$ 、0.86 $\mu\text{m}$ 、0.85 $\mu\text{m}$ 、0.85 $\mu\text{m}$ 、0.85 $\mu\text{m}$ 、0.86 $\mu\text{m}$ 、0.86 $\mu\text{m}$ ,则氧化锑的平均粒度的算术平均值:

$$\bar{w} = \left( \sum_{i=1}^n \omega_i \right) / n = 0.86 \mu\text{m}$$

由贝塞尔公式计算标准差,即单次测量的不确定度:

$$U(\bar{w}) = S(\bar{w}) = \sqrt{\sum_{i=1}^n (\omega_i - \bar{w})^2 / (n-1)} = 0.00919$$

算术平均值的不确定度:

$$U(\bar{w}) = S(\bar{w}) / \sqrt{n} = 0.00291$$

其相对标准不确定度为:

$$U_r(\bar{w}) = U(\bar{w}) / \bar{w} = 0.00338$$

### 6 合成相对标准不确定度

(上接第243页)未能做到技术升级和设备更新,都影响到防治水工作的开展效果。

## 3 解决对策

### 3.1 防治水工作注意事项

立足防治水工作本身,针对上述提到由客观及主观因素造成的问题,相关企业首先需要提高对防治水工作的重视程度,密切关注以下四点注意事项:①在开展作业时要收集分析老窖资料,确定其位置并合理处理老窖积水问题;②在选址时要规避老窖,确保其与煤矿开采位置保持一定距离;③要安排专人进行监管,定期测算并汇报地表水量数据,由此做好风险防范工作;④煤矿企业要定期监测坍塌区,对于保障防治水工作有序开展具有重要意义,同时要针对不同地质灾害问题来选择合理的防治措施。

### 3.2 规范施工工艺流程

为了更好地保障煤矿防治水工作有序开展,相关企业要加强对施工工艺和流程的重视程度和管理力度,确保各环节符合安全生产标准。在开展施工作业前,企业要组织管理、及施工人员参加培训,借此来全面掌握煤矿防治水工作原理和安全防范措施,同时提高对相关技术及设备等应用能力,有助于最大程度避免因操作不当导致进度放缓及安全事故的可能性。要结合井下工作具体情况,强化对各环节流程及制度的规范力度,确保所有员工了解并掌握各项规范要求,可以通过定期检测来提高规制度落实效果。

### 3.3 加强雨季安全隐患排查

矿井在开展施工及开采作业时易受雨季影响而增加风险,因此应加强雨季安全隐患排查力度。在开采作业中,相关人员首先要全面了解区域雨季最大降水量,结合周边地形特征来做好废井密封工作,最大程度避免出现水流进入矿井的问题。在开采过程中,企业要及时放置警示标志

$$u_{\text{总}} = \sqrt{(u_r(m))^2 + (u_r(\bar{w}))^2 + (u_r(Y))^2}$$

$$= \sqrt{(0.000071)^2 + (0.00338)^2 + (0.0288)^2}$$

$$= 0.0288$$

## 7 扩展不确定度的评定与分析结果表示

在没有特殊要求的情况下,按国际惯例,测量结果的扩展不确定度包含因子k取2,则三氧化二锑中平均粒度含量相对扩展不确定度为:

$$u_{\text{rel}} = k u_{\text{总}} = 0.0576, \bar{w} = 0.86 \mu\text{m}, U = U_r \times \bar{w} = 0.06$$

## 8 测量不确定度报告

按照JJF1059《测量结果不确定度评定与表示》8.7条、8.8条、8.12条推荐采用的形式为:三氧化二锑中平均粒度含量的测量扩展不确定度:Wt $\times$ U( $\mu\text{m}$ ),结果表达:Wt $\pm$ Wt $\times$ U( $\mu\text{m}$ )( $\mu\text{m}$ );k=2被测三氧化二锑中平均粒度含量可表示为: $\bar{w} = (0.86 \pm 0.06) \mu\text{m}$ ;K=2。

## 9 结语

①在温度和其他条件不变时,三氧化二锑中平均粒度测定的不确定度主要来自于试样称量过程、重复性测量及平均粒度仪本身;②通过上述试验可以看出,在评定产品合格与否时不确定度的重要性,因此,当不确定度影响产品的符合性时,检测报告应包含不确定度的信息。

并进行安全检测,可以安排专业人员定期排查开采区周边容易发生灾害的区域,主要包括废弃枯井和湖泊等。可以结合检测及排查等工作情况构建出区域负责体系和安全管理制度,有助于提高危险情况下人员撤离的速度和效果,从而有效控制灾害覆盖范围。

### 3.4 构建科学的应急处理方案

在做好前期和中期的管理防控之后,防治水工作的有序开展还离不开科学合理的应急处理方案,企业应结合实际情况来制定合理可行的应急预案方案。一旦发生水灾险情,要确保流入矿井的水能够及时排出,这就需要提前做好可以正常运行的设备,同时要做好设备的定期检修和保养工作;更要提高矿井工人的安全意识和应急处理能力,需要企业定期安排以安全技能和专业操作为主题的培训活动,借此引导他们提高对水患的防范意识,由此来进一步学习并运用合理妥当的处理方法,从而最大程度降低水患造成的损失。

综上所述,煤矿企业生产运作中,防治水工作的开展效果直接影响到企业经济效益和社会效益,需要煤矿企业及时了解当前存在问题,并采取行之有效的解决措施,通过实现技防、人防来进一步提高整体工作水平,其对于保障防治水工作有序开展而言具有重要意义。

### 参考文献:

- [1] 张维滨. 煤矿防治水工作面临的常见问题浅析[J]. 中国石油和化工标准与质量, 2020,40(18):150-151.
- [2] 张勇. 煤矿开采中综合防治水技术的应用[J]. 山西化工, 2020,40(05):171-173.

### 作者简介:

孟云飞(1988-),男,汉族,山西晋城人,本科,矿山地质与测量助理工程师。