

中华人民共和国国家标准

GB 475—2008
代替 GB 475—1996

商品煤样人工采取方法

Method for manual sampling of commercial coal

(ISO 18283:2006, Hard coal and coke—Manual sampling, MOD)

2008-12-04 发布

2009-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

目 次

| | |
|--|----|
| 前言 | I |
| 1 范围 | 1 |
| 2 规范性引用文件 | 1 |
| 3 术语和定义 | 1 |
| 4 采样的一般原则和采样精密度 | 3 |
| 4.1 采样的一般原则 | 3 |
| 4.2 采样精密度 | 4 |
| 5 采样方案 | 5 |
| 5.1 采样方案选择 | 5 |
| 5.2 基本采样方案 | 5 |
| 5.3 专用采样方案的设计 | 8 |
| 6 采样方法——初级子样采取方法 | 11 |
| 6.1 移动煤流采样方法 | 11 |
| 6.2 静止煤采样方法 | 13 |
| 7 间断采样方法 | 14 |
| 8 各种煤样的采取 | 15 |
| 9 人工采样工具 | 15 |
| 9.1 人工采样工具的基本要求 | 15 |
| 9.2 示例 | 15 |
| 10 煤样的包装和标识 | 19 |
| 11 采样报告 | 19 |
| 附录 A (资料性附录) 本标准与 ISO 18283:2006(E) 章条编号对照表 | 21 |
| 附录 B (资料性附录) 本标准与 ISO 18283:2006(E) 的技术性差异及其原因 | 22 |
| 附录 C (规范性附录) 采样精密度核验和偏倚试验 | 24 |
| 附录 D (资料性附录) 子样质量、采样单元数量和采样单元子样数的计算举例 | 27 |
| 附录 E (资料性附录) 粒度大于 150 mm 或其他粒度大块物料的处理方法 | 30 |

前 言

本标准的第4章、第5章、第6章和9.1为强制性的,其余为推荐性的。

本标准修改采用国际标准ISO 18283:2006(E)《硬煤和焦炭——人工采样》(英文版)。

本标准根据ISO 18283:2006(E)内容重新起草。本附录A中列出了本标准章条编号与ISO 18283:2006(E)章条编号的对照一览表。

考虑到我国国情,在采用ISO 18283:2006(E)时,本标准做了一些修改。有关技术性差异已编入正文中并在它们所涉及的条款的页边空白处用垂直单线标识。在附录B中给出了这些技术性差异和编写结构差异及其原因的一览表以供参考。

为了便于使用,对ISO 18283:2006(E)还做了下列编辑性修改:

- “本国际标准”改为“本标准”;
- 修改了ISO 18283:2006(E)引言;
- 用小数点“.”代替作为ISO标准中小数点的逗号“,”等。

本标准代替GB 475—1996《商品煤样采取方法》。

本标准与GB 475—1996相比,其主要变化如下:

- 增加了专用采样方案(本版5.3);
- 规定了总样最小质量(本版5.2.4.1);
- 修改了子样最小质量(原版5.4,本版5.2.4.2.1);
- 增加了对火车顶部采样的要求(本版6.2.2.2);
- 修改了火车采样子样布置方式(原版7.2,本版6.2.2.2.2);
- 删除了轮船船舱采样方法(原版第9章);
- 修改了对粒度大于150 mm块状物料的处理方法(原版7.4,本版附录E)。

本标准的附录A和附录B为资料性附录,附录C为规范性附录,附录D和附录E为资料性附录。

本标准由中国煤炭工业协会提出。

本标准由全国煤炭标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:煤炭科学研究总院煤炭分析实验室(国家煤炭质量监督检验中心)。

本标准主要起草人:韩立亭、谢恩情、段云龙。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB 475—1964;GB 475—1975;GB 475—1983;GB 475—1996。

商品煤样人工采取方法

1 范围

本标准规定了商品煤人工采样方法的术语和定义、采样的一般原则和采样精密度、采样方案的建立、采样方法、人工采样工具、煤样的包装和标识以及采样报告。

本标准适用于褐煤、烟煤和无烟煤。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 19494.3 煤炭机械化采样 第3部分：精密度测定和偏倚试验(GB/T 19494.3—2004，ISO 13909-7:2001，ISO 13909-8:2001，NEQ)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

煤样 coal sample

为确定某些特性而从煤中采取的具有代表性的一部分煤。

3.2

商品煤样 sample of commercial coal

代表商品煤平均性质的煤样。

3.3

专用试验煤样 test sample of coal

为满足某一特殊试验要求而制备的煤样。

3.4

共用煤样 common sample of coal

为进行多个试验而采取的煤样。

3.5

全水分煤样 moisture sample of coal

为测定全水分而专门采取的煤样。

3.6

一般煤样 general sample of coal

为制备一般分析试验煤样而专门采取的煤样。

3.7

一般分析试验煤样 general-analysis test sample of c

破碎到粒度小于0.2 mm并达到空气干燥状态，用于

化学特性测定的煤样。

3.8

粒度分析煤样 size analysis sample of coal

为进行粒度分析而专门采取的煤样。

3.9

子样 increment

采样器具操作一次或截取一次煤流全横截段所采取的一份样。

3.10

分样 sub-sample

由均匀分布于整个采样单元的若干初级子样组成的煤样。

3.11

总样 gross sample

从一采样单元取出的全部子样合并成的煤样。

3.12

初级子样 primary increment

在采样第1阶段、于任何破碎和缩分前采取的子样。

3.13

缩分后试样 divided sample

为减少试样质量而将之缩分后保留的一部分。

3.14

采样 sampling

从大量煤中采取具有代表性的一部分煤的过程。

3.15

连续采样 continuous sampling

从每一个采样单元采取一个总样,采样时,子样点以均匀的间隔分布。

3.16

间断采样 intermittent sampling

仅从某几个采样单元采样。

3.17

批 lot

需要进行整体性质测定的一个独立煤量。

3.18

采样单元 sampling unit

从一批煤中采取一个总样的煤量。一批煤可以是一个或多个采样单元。

注:相当于ISO 18283中的sub-lot(一批煤中的部分煤量,其给出所需的一个试验结果。)

3.19

标称最大粒度 nominal top size

与筛上物累计质量分数最接近(但不大于)5%的筛子相应的筛孔尺寸。

3.20

精密度 precision

在规定条件下所得独立试验结果间的符合程度。

注1:它经常用一精密度指数,如两倍的标准差来表示。

注2:煤炭采样精密度为单次采样测定结果与对同一煤(同一来源)行无数次采样的测定结果的平均值的差值(在95%概率下)的极限值。

3.21

系统采样 systematic sampling

按相同的时间、空间或质量间隔采取子样,但第一个子样在第一间隔内随机采取,其余的子样按选

定的间隔采取。

3.22

随机采样 random sampling

采取子样时,对采样的部位或时间均不施加任何人为的意志,使任何部位的煤都有机会采出。

3.23

时间基采样 time-basis sampling

从煤流中采取子样,每个子样的位置用一时间间隔来确定,子样质量与采样时的煤流量成正比。

3.24

质量基采样 mass-basis sampling

从煤流或静止煤中采取子样,每个子样的位置用一质量间隔来确定,子样质量固定。

3.25

分层随机采样 stratified random sampling

在质量基采样和时间基采样划分的质量或时间间隔内随机采取一个子样。

3.26

误差 error

观测值和可接受的参比值间的差值。

注:在所有的采样、制样和化验方法中,误差总是存在的,同时用这样的方法得到的任一指定参数的试验结果也将偏离该参数的真值。由于不能确切了解“真值”,常常用相对准确的方法所得测定值作为衡量标准,该值即为可接受的参比值。

3.27

方差 variance

分散度的量度。数值上为观测值与它们的平均值之差值的平方和除以自由度(观测次数减1)。

3.28

标准[偏]差 standard deviation

方差的平方根。

3.29

变异系数 coefficient of variation

标准差对算术平均值绝对值的百分比,又称相对标准偏差。

3.30

随机误差 random error

统计上独立于先前误差的误差。

注:这意味着一系列随机误差中任何两个都不相关,而且个体误差都不可能预知。误差分为系统误差(偏倚)和随机误差,一观测系列中随着观测次数的增加,其随机误差的平均值趋于0。

3.31

偏倚 bias

系统误差。它导致一系列结果的平均值总是高于或低于用一参比方法得到的值。

3.32

实质性偏倚 relevant bias

具有实际重要性或合同各方同意的允许偏倚。

4 采样的一般原则和采样精密度

4.1 采样的一般原则

煤炭采样和制样的目的,是为了获得一个其试验结果能代表整批被采样煤的试验煤样。

采样和制样的基本过程,是首先从分布于整批煤的许多点收集相当数量的一份煤,即初级子样,然后将各初级子样直接合并或缩分后合并成一个总样,最后将此总样经过一系列制样程序制成所要求数目和类型的试验煤样。

采样的基本要求,是被采样批煤的所有颗粒都可能进入采样设备,每一个颗粒都有相等的机率被采入试样中。

为了保证所得试样的试验结果的精密度符合要求,采样时应考虑以下因素:

- a) 煤的变异性(一般以初级子样方差衡量);
- b) 从该批煤中采取的总样数目;
- c) 每个总样的子样数目;
- d) 与标称最大粒度相应的试样质量。

4.2 采样精密度

在所有的采样、制样和化验方法中,误差总是存在的,同时用这样的方法得到的任一指定参数的试验结果也将偏离该参数的真值。由于不能确切了解“真值”,一个单个结果对“真值”的绝对偏倚是不可能测定的,而只能对该试验结果的精密度做一估算。对同一煤进行一系列测定所得结果间的彼此符合程度就是精密度,而这一系列测定结果的平均值对一可以接受的参比值的偏离程度就是偏倚。

采样精密度与被采样煤的变异性(初级子样方差、采样单元方差)、制样和化验误差、采样单元数、子样数和试样量有关。在试样量一定情况下,可用下列公式估算。

如果自同一个采样单元中采取大量的重复样品并分别制样和分析,则单次观测值的精密度(P)由式(1)给出:

$$P = 2s = 2 \sqrt{V_{SPT}} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

s ——样品总体标准差估计值;

V_{SPT} ——重复样品的总方差。

对于一个总样, V_{SPT} 由式(2)给出:

$$V_{SPT} = \frac{V_1}{n} + V_{PT} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

V_1 ——初级子样方差;

V_{PT} ——制样和化验方差;

n ——总样中的子样数目。

将一批煤分为多个采样单元并从每个采样单元中采取一个总样(即连续采样)时的 V_{SPT} 结果由式(3)给出:

$$V_{SPT} = \frac{V_1}{mn} + \frac{V_{PT}}{m} \dots\dots\dots(3)$$

式中:

n ——单个采样单元中的子样数目;

m ——批煤采样单元数目。

因为一个总样相当于一组重复总样中的一员,对于连并式(1)和式(3),得到式(4)和式(5):

$$P_L = 2 \sqrt{\frac{V_1}{mn} + \frac{V_{PT}}{m}} = \frac{P_{SL}}{\sqrt{m}} \dots\dots\dots(4)$$

$$P_{SL} = P_L \sqrt{m} \dots\dots\dots(5)$$

式中：

P_L ——一批煤在 95%置信水平下 m 个采样单元的平均测定值精密度；

P_{SL} ——一个采样单元在 95%置信水平下的采样精密度。

当将一批煤分成多个采样单元时，各采样单元平均值间可能有差异。当所有采样单元都采样并化验时，这种差异不会导致额外的方差。但是，如果只有部分单元被采样和化验（即间断采样），则应在式（3）中加入一项采样单元方差校正项，此时 V_{SPT} 和 P_L 计算按式（6）和式（7）进行：

$$V_{SPT} = \frac{V_1}{un} + \frac{V_{PT}}{u} + \left(1 - \frac{u}{m}\right) \frac{V_m}{u} \dots\dots\dots (6)$$

$$P_L = 2 \sqrt{\frac{V_1}{un} + \frac{V_{PT}}{u} + \left(1 - \frac{u}{m}\right) \frac{V_m}{u}} \dots\dots\dots (7)$$

式中：

m ——批煤采样单元总数；

u ——批煤中进行采样的采样单元数目；

V_m ——采样单元方差。

5 采样方案

5.1 采样方案选择

采样原则上按本标准规定的基本采样方案进行。在下列情况下应另行设计专用采样方案，专用采样方案在取得有关方同意后方可实施：

- a) 采样精密度用灰分以外的煤质特性参数表示时；
- b) 要求的灰分精密度值小于表 1 所列值时；
- c) 经有关方同意需另行设计采样方案时。

无论基本采样方案或专用采样方案，都应按附录 C 规定进行采样精密度核验和偏倚试验，确认符合要求后方可实施。

5.2 基本采样方案

5.2.1 采样精密度

原煤、筛选煤、精煤和其他洗煤（包括中煤）的采样、制样和化验总精密度（灰分， A_d ）如表 1 规定。

表 1 采样精密度（灰分， A_d ）

| 原煤、筛选煤 | | 精煤 | 其他洗煤 (包括中煤) |
|--|--------------------|--------------------|----------------------|
| $A_d \leq 20\%$ | $A_d > 20\%$ | | |
| $\pm \frac{1}{10} A_d$ 但不小于 $\pm 1\%$ (绝对值) | $\pm 2\%$ (绝对值) | $\pm 1\%$ (绝对值) | $\pm 1.5\%$ (绝对值) |

5.2.2 采样单元

5.2.2.1 商品煤分品种以 1 000 t 为一基本采样单元。

5.2.2.2 当批煤量不足 1 000 t 或大于 1 000 t 时，可根据实际情况，以下煤量为一采样单元：

- a) 一列火车装载的煤；
- b) 一船装载的煤；
- c) 一车或一船舱装载的煤；
- d) 一段时间内发送或接收的煤。

5.2.2.3 如需进行单批煤质量核对，应对同一采样单元煤样和化验。

5.2.3 每个采样单元子样数

5.2.3.1 基本采样单元子样数

原煤、筛选煤、精煤及其他洗煤（包括中煤）的基本采样单元子样数列于表 2。

表 2 基本采样单元最少子样数

| 品种 | 灰分范围 A_d | 采样地点 | | | | |
|------------|---------------|------|----|----|----|----|
| | | 煤流 | 火车 | 汽车 | 煤堆 | 船舶 |
| 原煤、筛选煤 | $>20\%$ | 60 | 60 | 60 | 60 | 60 |
| | $\leq 20\%$ | 30 | 60 | 60 | 60 | 60 |
| 精煤 | — | 15 | 20 | 20 | 20 | 20 |
| 其他洗煤(包括中煤) | — | 20 | 20 | 20 | 20 | 20 |

5.2.3.2 采样单元煤量少于 1 000 t 时的子样数

采样单元煤量少于 1 000 t 时子样数根据表 2 规定子样数按比例递减,但最少不应少于表 3 规定数。

表 3 采样单元煤量少于 1 000 t 时的最少子样数

| 品种 | 灰分范围 A_d | 采样地点 | | | | |
|------------|---------------|------|----|----|----|----|
| | | 煤流 | 火车 | 汽车 | 煤堆 | 船舶 |
| 原煤、筛选煤 | $>20\%$ | 18 | 18 | 18 | 30 | 30 |
| | $\leq 20\%$ | 10 | 18 | 18 | 30 | 30 |
| 精煤 | — | 10 | 10 | 10 | 10 | 10 |
| 其他洗煤(包括中煤) | — | 10 | 10 | 10 | 10 | 10 |

5.2.3.3 采样单元煤量大于 1 000 t 时的子样数

采样单元煤量大于 1 000 t 时的子样数按式(8)计算:

$$N = n \sqrt{\frac{M}{1\,000}} \dots\dots\dots (8)$$

式中:

N ——应采子样数;

n ——表 2 规定子样数;

M ——被采样煤批量,单位为吨(t);

1 000——基本采样单元煤量,单位为吨(t)。

5.2.3.4 批煤采样单元数的确定

一批煤可作为一个采样单元,也可按式(9)划分为 m 个采样单元:

$$m = \sqrt{\frac{M}{1\,000}} \dots\dots\dots (9)$$

式中:

M ——被采样煤批量,单位为吨(t)。

将一批煤分为若干个采样单元时,采样精密度优于作为一个采样单元时的采样精密度。

5.2.4 试样质量

5.2.4.1 总样的最小质量

表 4 和表 5 分别列出了一般煤样(共用煤样)、全水分最小质量。表 4 给出的一般煤样的最小质量可使由于颗粒

析煤样的总样或缩分后总样的分方差减小到 0.01,相当于精

注:为保证采样精密度符合要求,当按式(10)计算的子样数出的子样数采样但总样质量达不到表 4 和表 5 规定值时,应增加子样数或子样质量(见 5.2.4.2.1)直至总样质量符合要求。否则,采样精密度很可能会下降。

表 4 一般煤样总样、全水分总样/缩分后总样最小质量

| 标称最大粒度/ mm | 一般煤样和共用煤样/ kg | 全水分煤样/ kg |
|---------------|------------------|--------------|
| 150 | 2 600 | 500 |
| 100 | 1 025 | 190 |
| 80 | 565 | 105 |
| 50 | 170 ^a | 35 |
| 25 | 40 | 8 |
| 13 | 15 | 3 |
| 6 | 3.75 | 1.25 |
| 3 | 0.7 | 0.65 |
| 1.0 | 0.10 | — |

^a 标称最大粒度 50 mm 的精煤,一般分析和共用试样总样最小质量可为 60 kg。

表 5 粒度分析总样的最小质量

| 标称最大粒度/ mm | 精密度 1% 的质量/ kg | 精密度 2% 的质量/ kg |
|---------------|-------------------|-------------------|
| 150 | 6 750 | 1 700 |
| 100 | 2 215 | 570 |
| 80 | 1 070 | 275 |
| 50 | 280 | 70 |
| 25 | 36 | 9 |
| 13 | 5 | 1.25 |
| 6 | 0.65 | 0.25 |
| 3 | 0.25 | 0.25 |

注:表中精密度为测定筛上物产率的精密度,即粒度大于标称最大粒度的煤的产率的精密度,对其他粒度组分的精密度一般会更好。

5.2.4.2 子样质量

5.2.4.2.1 子样最小质量

子样最小质量按式(10)计算,但最少为 0.5 kg。

$$m_a = 0.06d \quad \dots\dots\dots(10)$$

式中:

m_a ——子样最小质量,单位为千克(kg);

d ——被采样煤标称最大粒度,单位为毫米(mm)。

表 6 给出了部分粒度的初级子样或缩分后子样最小质量。

表 6 部分粒度的初级子样最小质量

| 标称最大粒度/mm | 质量参考值/kg |
|-----------|----------|
| 100 | 6.0 |
| 50 | 3.0 |
| 25 | 1.5 |
| 13 | 0.8 |
| ≤6 | 0.5 |

5.2.4.2.2 子样平均质量

当按 5.2.3 规定子样数和 5.2.4.2.1 规定的最小子样质量采取的总样质量达不到表 4 和表 5 规定的总样最小质量时,应将子样质量增加到按式(11)计算的子样平均质量。

$$\bar{m} = \frac{m_g}{n} \dots\dots\dots(11)$$

式中:

\bar{m} ——子样平均质量,单位为千克(kg);

m_g ——总样最小质量,单位为千克(kg);

n ——子样数目。

5.3 专用采样方案的设计

5.3.1 采样方案建立的基本程序

建立采样方案的基本程序如下:

- a) 确定煤源、批量;
 - b) 确定欲测定的参数和需要的试样类型;
 - c) 确定煤的标称最大粒度、总样和子样的最小质量;
- 注:标称最大粒度可参考有关发货单确定或目视估计,最好用筛分试验测定。
- d) 确定或假定要求的精密度;
 - e) 测定或假定煤的变异性(即初级子样方差和采样单元方差)和制样化验方差;
 - f) 确定采样单元数和采样单元的子样数;
 - g) 决定所用的采样方法:连续采样或间断采样;
 - h) 决定采样方式和采样基:系统采样、随机采样或分层随机采样;时间基采样或质量基采样,并确定采样间隔(min 或 t);
 - i) 决定采样的地点;
 - j) 决定将子样合并成总样的方法和制样方法。

5.3.2 采样各程序的设计

5.3.2.1 概述

采样方案的设计是根据实际情况拟定供采样人员使用的作业指导书的第一步。

作业指导书是实施采样的操作细则,应当涵盖所有采样方案中包括的要素和可能遇到的问题,指导书应当简单、易懂、可行、只能有唯一的一种解释并被采样人员充分理解和执行。

根据采样的目的——技术评定、过程控制、质量控制或商业目的决定试样的类型:一般煤样、水分煤样、粒度分析煤样或其他专用煤样。根据采样目的和试样类型决定测定的品质参数:灰分、水分、粒度组成或其他物理化学特性参数。

采样程序设计中,应尽可能保证测定的参数不因采样、制样过程及试验前的试样贮存而产生偏倚。

在某些情况下,需要限定初级子样、缩分后试样和试验样品的质量。

在设计人工采样方案的同时,还应制定相应的安全操作规程。

5.3.2.2 采样精密度确定

采样精密度根据采样目的、试样类型和合同各方的要求确定。采样精密度一般用灰分表示,也可用其他煤炭品质参数表示。

在用灰分表示精密度时,一般取干基灰分的十分之一

精密度确定后,应在例行采样中用双份采样法或多份
录 C) 来确认精密度是否达到
要求。

5.3.2.3 煤的变异性的确定

5.3.2.3.1 初级子样方差的确定

初级子样方差可用以下方法之一确定:

- a) 直接对被采样的煤进行测定:从同一批煤或同一煤源的几批煤中,至少采取 50 个子样,每个子样分别制样并化验,测定参数最好是干基灰分。然后用式(12)计算初级子样方差:

$$V_1 = \frac{1}{n-1} \left(\sum X_i^2 - \frac{(\sum X_i)^2}{n} \right) - V_{PT} \quad \dots\dots\dots(12)$$

式中:

- V_1 ——初级子样方差;
- n ——所采的子样数目;
- X_i ——分析参数测定值;
- V_{PT} ——制样和化验方差。

- b) 根据类似的煤炭在类似的采样方案中测定的子样方差确定;
- c) 在没有子样方差资料情况下,对于灰分,最初可以假定 $V_1=20$,并在采样后进行核对。

5.3.2.3.2 采样单元方差确定

采样单元方差的影响和初级子样方差相同,只是影响程度较小。采样单元方差可用以下方法之一确定:

- a) 直接对被采样的煤进行测定:从同一批煤或同一煤源的几批煤的至少 20 个采样单元中,各采取 1 个总样,将每个总样分别制样并化验,测定参数最好是干基灰分。然后用式(13)计算采样单元方差:

$$V_m = \frac{1}{m-1} \left(\sum X_m^2 - \frac{(\sum X_m)^2}{m} \right) - V_{PT} \quad \dots\dots\dots(13)$$

式中:

- V_m ——采样单元方差;
- m ——采样单元数目;
- X_m ——总样的分析参数数值。

- b) 根据类似的煤炭用类似的采样方案测定的采样单元方差确定;
- c) 在没有采样单元方差资料情况下,对于灰分,最初可以假定 $V_m=5$,并在采样后进行核对。

5.3.2.3.3 制样和化验方差确定

制样和化验方差可用以下方法之一确定:

- a) 用下列两种方法之一直接测定

方法一:从同一批煤或同一种煤的几批中至少采取 20 个分样,从每个分样缩制出(或在第一缩分阶段取出)两个试样,分别制成分析煤样并用例常分析方法化验品质参数(最好是灰分),然后按式(14)计算制样和化验方差:

$$V_{PT} = \frac{\sum d_i^2}{2n_p} \quad \dots\dots\dots(14)$$

式中:

- V_{PT} ——制样和化验方差;
- d_i ——每对样品测定值之差;
- n_p ——样品对数。

方法二:将一个或多个总样缩制成至少 20 个试样,将试样并化验每一个试样的品质参数(最好是灰分)。然后按式(15)计算制样和化验方差:

$$V_{PT} = \frac{1}{j-1} \left(\sum X_j^2 - \dots\dots\dots(15) \right)$$

式中:

- V_{PT} ——制样和化验方差;
- j ——试样数目;

X_j ——试样分析参数值。

- b) 根据类似的煤炭在类似的制样程序测定的制样和化验方差确定；
- c) 在没有制样和化验方差资料情况下，对于灰分，最初可以假定 $V_{PT}=0.2$ ，并在制样和化验后进行核对。

5.3.2.4 采样单元数和子样数

5.3.2.4.1 V_1 、 V_m 和 V_{PT} 已知下的每个采样单元子样数确定

V_1 、 V_m 和 V_{PT} 已知时，如下确定每个采样单元子样数：

- a) 连续采样

按式(16)计算起始采样单元数：

$$m = \sqrt{\frac{M}{M_0}} \dots\dots\dots(16)$$

式中：

m ——起始采样单元数；

M ——批煤量，单位为吨(t)；

M_0 ——起始采样单元煤量，单位为吨(t)。

对大批量煤(如轮船载煤) M_0 取 5 000 t；对小批量煤(如火车、汽车和驳船载煤) M_0 取 1 000 t。

按式(17)计算每个采样单元子样数 n ：

$$n = \frac{4V_1}{mP_L^2 - 4V_{PT}} \dots\dots\dots(17)$$

如计算的 n 值为无穷大(∞)或负数，则证明制样和化验方差较大，在已设定的采样单元数(m)下，达不到要求的精密度。此时，或当 n 大到不切实际时，应用下述方法之一增加采样单元数 m ：

估计一适当的 m 值，然后按式(17)计算 n ，如计算出的 n 仍不合适，则再给定一 m 值，重新计算 n ，直到可接受为止；

或设定一实际可接受的最大 n 值，然后按式(18)计算 m ：

$$m = \frac{4V_1 + 4nV_{PT}}{nP_L^2} \dots\dots\dots(18)$$

需要时，可将 m 值调大到一适当值，然后重新计算 n 。当计算的 n 小于 10 时，取 $n=10$ 。

当一批量大于起始采样单元量(1 000 t 或 5 000 t)的煤作一个采样单元采样时，按式(19)计算子样数：

$$n = \frac{4V_1}{P_L^2 - 4V_{PT}} \sqrt{\frac{M}{M_0}} \dots\dots\dots(19)$$

当一批量小于起始采样单元量的煤作一个采样单元采样时，子样数可按比例递减，但各子样合并成的总样质量应符合表 4 和表 5 规定，且最少子样数不应少于 10 个。

- b) 间断采样

设采样单元总数为 m ，需进行采样的采样单元数为 u ，然后按式(20)计算 n ：

$$n = \frac{4V_1}{uP_L^2 - 4(1-u/m)} \dots\dots\dots(20)$$

如计算的 n 为无穷大或负数，则证明制样和化验方差 定的实际采样单元数 u 下，达不到要求的精密度，此时，或当 n 大到不切实际时，应用下述 实际采样单元数 u ；

设定一较大的 u 值，然后按式(20)计算 n ，并重复此过 可以接受为止；

或设定一实际可接受的最大 n 值，然后由式(21)计算 u ：

$$u = \frac{4m(V_1/n + V_m + V_{PT})}{mP_L^2 + 4V_m} \dots\dots\dots(21)$$

需要时,可将 u 值调大到一适当值(有时还需要调大 m 值),然后按式(20)计算 n 。当 n 小于 10 时,取 $n = 10$ 。

5.3.2.4.2 V_1 、 V_m 和 V_{PT} 未知下的采样单元数和子样数确定

V_1 、 V_m 和 V_{PT} 未知时,采样单元数和子样数按如下方式之一确定:

- a) 设 $V_1 = 20$, $V_m = 5$ 和 $V_{PT} = 0.2$,分别按式(16)~式(21)决定采样单元数和每个采样单元的子样数,并在采样后对采样精密度进行核对,需要时对 m 、 u 和 n 进行调整;
- b) 粒度分析总样的起始子样数为 25。

5.3.2.5 总样和子样最小质量的确定

总样和子样最小质量按 5.2.4 确定。

6 采样方法——初级子样采取方法

6.1 移动煤流采样方法

6.1.1 概述

移动煤流采样可在煤流落流中或皮带上的煤流中进行。为安全起见,本标准不推荐在皮带上的煤流中进行。

采样可按时间基或质量基以系统采样方式或分层随机采样方式进行。从操作方便和经济的角度出发,时间基采样较好。

采样时,应尽量截取一完整煤流横截段作为一子样,子样不能充满采样器或从采样器中溢出。

试样应尽可能从流速和负荷都较均匀的煤流中采取。应尽量避免煤流的负荷和品质变化周期与采样器的运行周期重合,以免导致采样偏倚。如果避免不了,则应采用分层随机采样方式。

6.1.2 落流采样法

该方法不适用于煤流量在 400 t/h 以上的系统。

煤样在传送皮带转输点的下落煤流中采取。

采样时,采样装置应尽可能地以恒定的小于 0.6 m/s 的速度横向切过煤流。采样器的开口应当至少是煤标称最大粒度的 3 倍并不小于 30 mm,采样器容量应足够大,子样不会充满采样器。采出的子样应没有不适当的物理损失。

采样时,使采样斗沿煤流长度或厚度方向一次通过煤流截取一个子样。为安全和方便,可将采样斗置于一支架上,并可沿支架横杆从左至右(或相反)或从前至后(或相反)移动采样。

6.1.2.1 系统采样

6.1.2.1.1 子样分布

初级子样应均匀分布于整个采样单元中。子样按预先设定的时间间隔(时间基采样)或质量间隔(质量基采样)采取,第 1 个子样在第 1 个时间/质量间隔内随机采取,其余子样按相等的时间/质量间隔采取。在整个采样过程中,采样器横过煤流的速度应保持恒定。如果预先计算的子样数已采够,但该采样单元煤尚未流完,则应以相同的时间/质量间隔继续采样,直至煤流结束。

为保证实际采取的子样数不少于规定的最少子样数,实际子样时间/质量间隔应等于或小于计算的子样间隔。

6.1.2.1.2 子样间隔

如下确定系统采样时的子样间隔:

- a) 时间基采样

采取子样的时间间隔 $\Delta t(\text{min})$ 按式(22)计算:

$$\Delta t \leq \frac{60m_{st}}{Gn} \dots\dots\dots (22)$$

式中：

- m_{sl} ——采样单元煤量,单位为吨(t);
- G ——煤最大流量,单位为吨每小时(t/h);
- n ——总样的初级子样数目。

b) 质量基采样

采取子样的质量间隔 $\Delta m(t)$ 按式(23)计算：

$$\Delta m \leq \frac{m_{sl}}{n} \dots\dots\dots (23)$$

式中：

- m_{sl} ——采样单元煤量,单位为吨(t);
- n ——总样的初级子样数目。

6.1.2.1.3 子样质量

子样质量与煤的流量成正比。初级子样质量应大于式(10)计算值。

6.1.2.2 分层随机采样

6.1.2.2.1 概述

采样过程中煤的品质可能会发生周期性的变化,应避免其变化周期与子样采取周期重合,否则将会带来不可接受的采样偏倚。为此可采用分层随机采样方法。

分层随机采样不是以相等的时间或质量间隔采取子样,而是在预先划分的时间或质量间隔内以随机时间或质量采取子样。

分层随机采样中,两个分属于不同的时间或质量间隔的子样很可能非常靠近,因此初级采样器的卸煤箱应该至少能容纳两个子样。

6.1.2.2.2 子样分布

子样在预先设定的每一时间间隔(时间基采样)或质量间隔(质量基采样)内随机采取。

6.1.2.2.3 子样间隔

如下确定分层随机采样时的子样间隔：

a) 时间基采样

按式(22)计算采样时间间隔。

将每一时间间隔从 0 到该间隔结束的时间(s 或 min)划分成若干段,然后用随机的方法,如抽签,决定各个时间间隔内的采样时间段,并到此时间数时抽取子样。

b) 质量基采样

按式(23)计算采样质量间隔。

将每一质量间隔从 0 到该间隔结束的质量(t)数划分成若干段,然后用随机的方法,如抽签,决定各个质量间隔内的采样质量段,并到此质量数时抽取子样。

6.1.3 停皮带采样法

6.1.3.1 概述

有些采样方法趋向于采集过多的大块或小粒度煤,因此很有可能引入偏倚。最理想的采样方法是停皮带采样法。它是从停止的皮带上取出一全横截段作为一子样,是唯一能够确保所有颗粒都能采到的、从而不存在偏倚的方法,是核对其他方法的参比方法。常规采样情况下,停皮带采样操作是不实际的,故该方法只在偏倚试验时作为参比方法使

6.1.3.2 子样采取

停皮带子样在固定位置、用专用采样框(见图 2g))采取

采样框由两块平行的边板组成,板间距离至少为被采样煤标称最大粒度的 3 倍且不小于 30 mm,边板底缘弧度与皮带弧度相近。采样时,将采样框放在静止皮带的煤流上,并使两边板与皮带中心线垂直。将边板插入煤流至底缘与皮带接触,然后将两边板间煤全部收集。阻挡边板插入的煤粒按左取右

舍或者相反的方式处理,即阻挡左边板插入的煤粒收入煤样,阻挡右边板插入的煤粒弃去,或者相反。开始采样怎样取舍,在整个采样过程中也怎样取舍。粘在采样框上的煤应刮入试样中。

6.2 静止煤采样方法

6.2.1 概述

本标准规定的静止煤采样方法适用于火车、汽车、驳船、轮船等载煤和煤堆的采样。

静止煤采样应首选在装/堆煤或卸煤过程中进行,如不具备在装煤或卸煤过程中采样的条件,也可对静止煤直接采样。

直接从静止煤中采样时,应采取全深度试样或不同深度(上、中、下或上、下)的试样;在能够保证运载工具中的煤的品质均匀且无不同品质的煤分层装载时,也可从运载工具顶部采样。

无论用何种方式采样,都应通过偏倚试验,证明其无实质性偏倚。

在从火车、汽车和驳船顶部煤采样的情况下,在装车(船)后应立即采样;在经过运输后采样时,应挖坑至 0.4 m~0.5 m 采样,取样前应将滚落在坑底的煤块和矸石清除干净。子样应尽可能均匀布置在采样面上,要注意在处理过程(如装卸)中离析导致的大块堆积(例如,在车角或车壁附近的堆积)。

用于人工采样的探管/钻取器或铲子的开口应当至少为煤的标称最大粒度的 3 倍且不小于 30 mm (见 9.1),采样器的容量应足够大,采取的子样质量应达到 5.2.4.2 要求。采样时,采样器应不被试样充满或从中溢出,而且子样应一次采出,多不扔,少不补。

采取子样时,探管/钻取器或铲子应从采样表面垂直(或成一定倾角)插入。采取子样时不应有意地将大块物料(煤或矸石)推到一旁。

采样单元数、子样数、子样最小质量及总样的最小质量见 5.2.3(或 5.3.2.4)和 5.2.4。

6.2.2 子样分布

6.2.2.1 子样分布方法

6.2.2.1.1 系统采样法

将采样车厢/驳船表面分成若干面积相等的小块并编号,然后依次轮流从各车/船的各个小块中部采取 1 个子样,第一个子样从第一车/船的小块中随机采取,其余子样顺序从后继车/船中轮流采取。

6.2.2.1.2 随机采样法

将采样车厢/驳船表面划分成若干小块并编号。制作数量与小块数相等的牌子并编号,一个牌子对应于一个小块。将牌子放入一个袋子中。

决定第 1 个采样车/船的子样位置时,从袋中取出数量与需从该车/船采取的子样数相等的牌子,并与与牌号相应的小块中采取子样,然后将抽出的牌子放入另一个袋子中;决定第 2 个采样车/船的子样位置时,从原袋剩余的牌子中,抽取数量与需从该车/船采取的子样数相等的牌子,并与与牌号相应的小块中采取子样。以同样的方法,决定其他各车/船的子样位置。当原袋中牌子取完时,反过来从另一袋子中抽取牌子,再放回原袋。如是交替,直到采样完毕。

以上抽号操作也可在实际采样前完成,记下需采样的车/船号及其子样位置。实际采样时按记录的车/船及其子样位置采取子样。

6.2.2.2 火车采样

6.2.2.2.1 车厢的选择

当要求的子样数等于或少于一采样单元的车厢数时,于一采样单元的车厢数时,每一车厢应采的子样数等于总样应分布于整个采样单元。分布余数子样的车厢可用系统随机方法选择(参见 6.2.2.1.2)。

取一个子样;当要求的子样数多于车厢数,如除后有余数,则余数子样每隔若干车增采一个子样)或用

6.2.2.2.2 子样位置选择

子样位置应逐个车厢不同,以使车厢各部分的煤都有相同的会被采出。常用的方法如下:

a) 系统采样法:本法仅适用于每车采取的子样相等的情况。将车厢分成若干个边长为 1 m~2 m

的小块并编上号(如图 1),在每车子样数超过 2 个时,还要将相继的、数量与欲采子样数相等的号编成一组并编号。如每车采 3 个子样时,则将 1、2、3 号编为第一组,4、5、6 号编为第二组,依此类推。先用随机方法决定第一个车箱采样点位置或组位置,然后顺着与其相继的点或组的数字顺序、从后继的车箱中依次轮流采取子样;

- b) 随机采样方法:将车厢分成若干个边长为 1 m~2 m 的小块并编上号(一般为 15 块或 18 块,图 1 为 18 块示例),然后以随机方法依次选择各车箱的采样点位置。

| | | | | | |
|---|---|---|----|----|----|
| 1 | 4 | 7 | 10 | 13 | 16 |
| 2 | 5 | 8 | 11 | 14 | 17 |
| 3 | 6 | 9 | 12 | 15 | 18 |

图 1 火车采样子样分布示意图

6.2.2.3 汽车和其他小型运载工具采样

6.2.2.3.1 车厢的选择

如下选择车厢:

- a) 载重 20 t 以上的汽车,按火车采样方法选择车厢;
- b) 载重 20 t 以下的汽车,按下述方法选择车厢:

当要求的子样数等于一采样单元的车厢数时,每一车厢采取一个子样;当要求的子样数多于一采样单元车厢数时,每一车厢的子样数等于总子样数除以车厢数,如除后有余数,则余数子样应分布于整个采样单元。分布余数子样的车厢可用系统方法或随机方法选择;当要求的子样数少于车厢数时,应将整个采样单元均匀分成若干段,然后用系统采样或随机采样方法,从每一段采取 1 个或数个子样。

6.2.2.3.2 子样位置选择

子样位置选择与火车采样原则相同。

6.2.2.4 驳船采样

驳船采样的子样分布原则上与火车采样相同,因此驳船采样可按 6.2.2.2 所述进行。

6.2.2.5 轮船采样

由于技术和安全的原因,本标准不推荐直接从轮船的船舱采样。轮船采样应在装船或卸船时,在其装(卸)的煤流中或小型运输工具如汽车上进行。

6.2.2.6 煤堆采样

6.2.2.6.1 概述

煤堆的采样应当在堆堆或卸堆过程中,或在迁移煤堆过程中,以下列方式采取子样:于皮带输送煤流上、小型运输工具如汽车上、堆/卸过程中的各层新工作表面上、斗式装载机卸下的煤上以及刚卸下并未与主堆合并的小煤堆上采取子样。不要直接在静止的、高度超过 2 m 的大煤堆上采样。当必须从静止大煤堆表面采样时,也可以使用 6.2.2.6.2a) 所述程序,但其结果极可能存在较大的偏倚,且精密度较差。从静止大煤堆上,不能采取仲裁煤样。

6.2.2.6.2 子样点布置

如下进行子样点布置:

- a) 在堆/卸煤新工作面、刚卸下的小煤堆采样时,根据煤堆的形状和大小,将工作面或煤堆表面划分成若干区,再将区分成若干面积相等的小块(煤应距地面 0.5 m),然后用系统采样法或随机采样法决定采样区和每区采样点(从每一小块采取 1 个全深度或深部或顶部煤样,在非新工作面情况下,采样时应按 a) 法采取子样);
- b) 在斗式装载机卸下煤中采样时,将煤样卸在一干

7 间断采样方法

当经常对同一煤源、品质稳定的大批量煤(如港口入港煤)进行采样时,可用间断采样方法。采用间

断采样方法时应事先征得有关方同意。

间断采样方案按 5.3.2.4.1 b) 设计。

8 各种煤样的采取

煤炭分析用煤样有一般分析用试样(用于煤的一般物理、化学特性测定的试样),全水分试样(专门用于全水分测定的试样),共用试样(为了多种用途,如全水分和一般物理、化学特性测定而采取的试样),物理试样(专门为特种物理特性,如物理强度指数或粒度分析而采取的试样)。

用于全水分测定的样品可以单独采取,也可以从共用试样中抽取。在从共用试样中分取水分试样的情况下,采取的初级子样数目应当是灰分或水分所需要的数目中较大的那个数目,如果在取出水分试样后,剩余试样不够其余测试所需要的质量,则应增加子样数目至总样质量满足要求。

在必要的情况下(如煤非常湿),可单独采取水分试样。在单独采取水分试样时,应考虑以下几点:

- a) 煤在贮存中由于泄水而逐渐失去水分;
- b) 如果批煤中存在游离水,它将沉到底部,因此随着煤深度的增加,水分含量也逐渐增加;
- c) 如在长时间内从若干批中采取水分试样,则有必要限制试样放置时间。

因此,最好的方法是在限制时间内从不同水分水平的各个采样单元中采取子样。

9 人工采样工具

9.1 人工采样工具的基本要求

人工采样工具的基本要求为:

- a) 采样器具的开口宽度应满足式(24)的要求且不小于 30 mm;

$$W \geq 3d \quad \dots\dots\dots (24)$$

式中:

W ——采样器具开口端横截面的最小宽度,单位为毫米(mm);

d ——煤的标称最大粒度,单位为毫米(mm)。

- b) 器具的容量应至少能容纳 1 个子样的煤量,且不被试样充满,煤不会从器具中溢出或泄漏;
- c) 如果用于落流采样,采样器开口的长度大于截取煤流的全宽度(前后移动截取时)或全厚度(左右移动截取时);
- d) 子样抽取过程中,不会将大块的煤或矸石等推到一旁;
- e) 粘附在器具上的湿煤应尽量少且易除去。

9.2 示例

图 2 给出采取子样的器具的示例:采样斗、采样铲、探管、手工螺旋钻、人工切割斗、停带采样框。

探管和钻取器等应按 GB/T 19494.3 规定进行偏倚试验合格后方能投入使用。

9.2.1 采样斗

采样斗(见图 2 a))用不锈钢等不易粘煤的材料制成,适用于从下落煤流中采样。

9.2.2 采样铲

采样铲(见图 2 b))由钢板制成并配有足够长度的手柄。如进行其他粒度的煤采样可相应调整铲的尺寸。铲的底板头部可为尖形。

9.2.3 探管

探管一般为管状,可垂直或以小角度插入煤中。探管可能较困难,在从煤中拔出时煤可能从底部掉下。

图示的几种探管可用于采取标称最大粒度 25 mm 的煤。

图 2 c):由两个半圆形管组成,两个半管可滑动到一起并组成一只封闭的圆管。这种探管长度最大可到 3.5 m;长的探管可用于标称最大粒度 20 mm 的煤。

图 2 d): 探管由一个两边带有滑槽的三角状槽管和一块可沿滑槽滑动的平板组成。使用时, 将滑板取下, 将槽管插入煤中, 再将滑板插回原位后, 将探管拔出。

9.2.4 手工螺旋钻

图 2 e): 钻的开口和螺距应为被采样煤标称最大粒度的 3 倍。

9.2.5 人工切割斗

图 2 f): 用于人工或在机械辅助下, 对落下煤流采样。

9.2.6 停带采样框

图 2 g): 采样框由两块平行的边板组成, 板间距离至少为被采样煤标称最大粒度的 3 倍 (但不应小于 30 mm), 边板底缘弧度与皮带弧度相近。

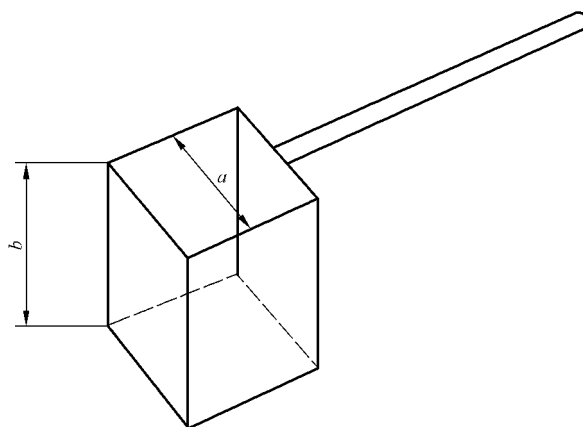


图 2 a) 采样斗

单位为毫米

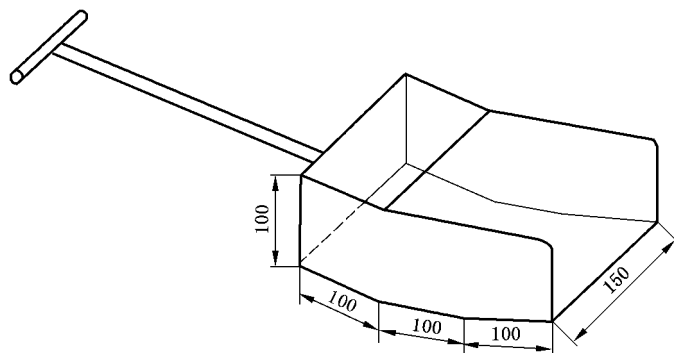


图 2 b) 采样铲 (适用于标称最大粒度 50 mm)

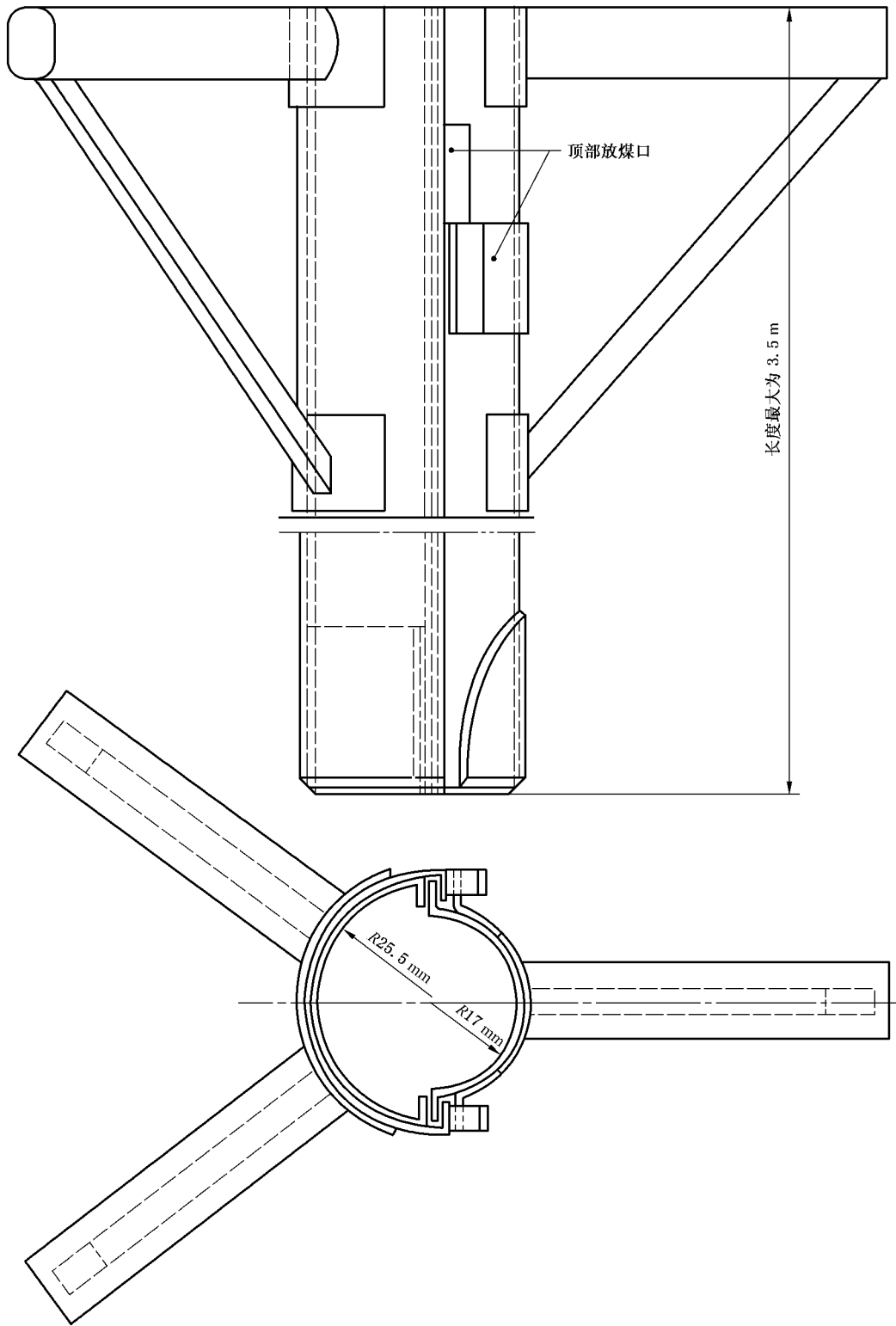


图 2 c) 圆形探

单位为毫米

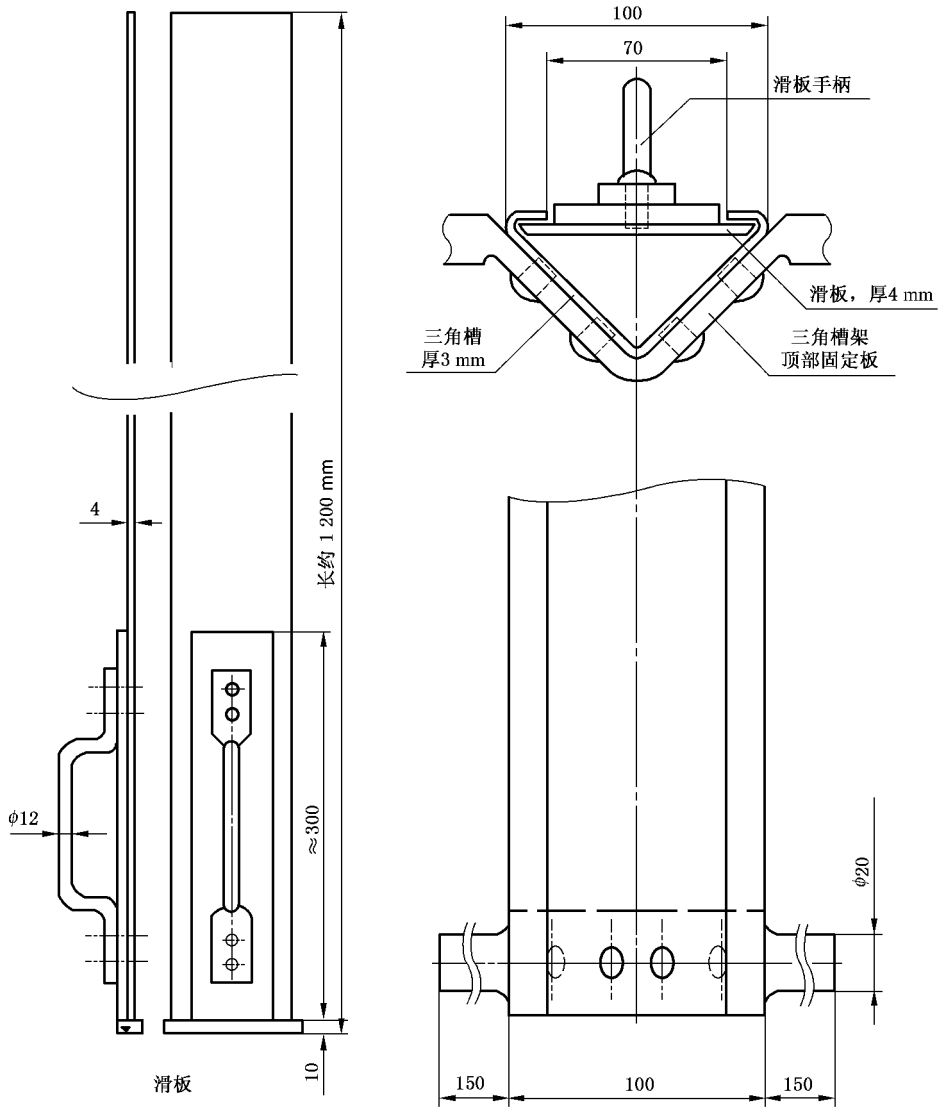


图 2 d) 三角槽形探管

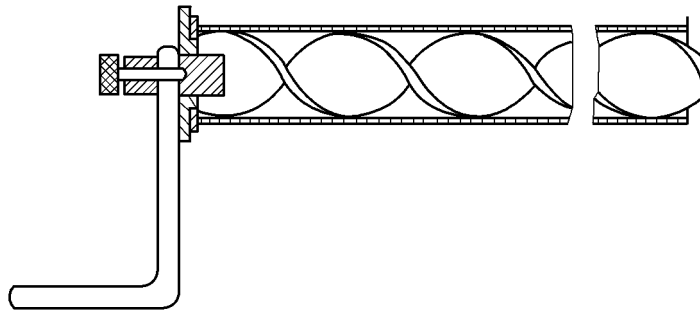


图 2 e) 手工螺

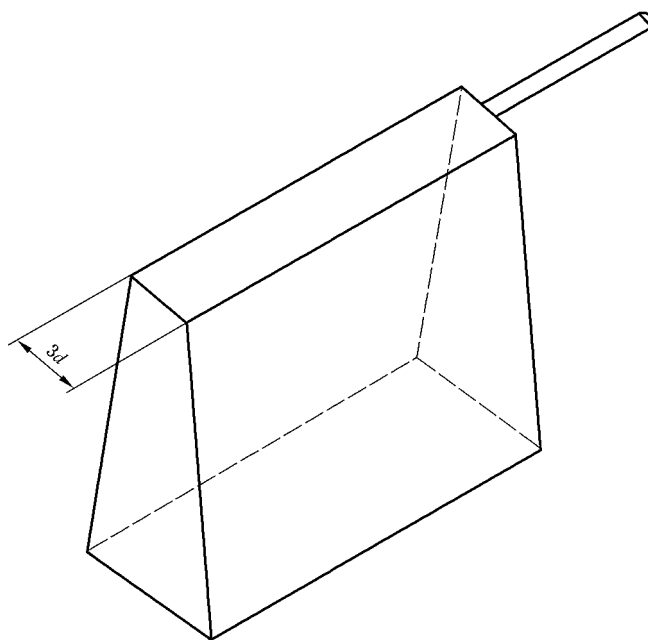


图 2 f) 人工切割斗

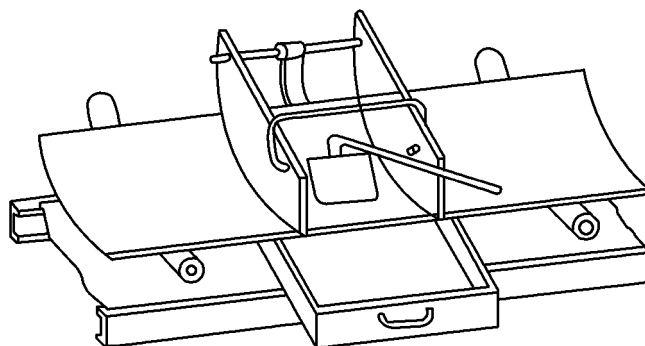


图 2 g) 停带采样框

10 煤样的包装和标识

煤样应装在无吸附、无腐蚀的气密容器中,并有永久性的唯一识别标识。

煤样标签或附带文件中应有以下信息:

- a) 煤的种类、级别和标称最大粒度以及批的名称(船或火车名及班次);
- b) 煤样类型(一般煤样、水分煤样等);
- c) 采样地点、日期和时间。

11 采样报告

采样应有正式签发的、全面的采样和试样发送报告或采样报告或证书除了应给出第 10 章所述的全部信息

下内容:

- a) 报告的名称;
- b) 委托人的姓名、地址;
- c) 采样方法;
- d) 批煤的大约质量和采样单元数;
- e) 子样数目和总样质量;

- f) 采样器名称和编号；
 - g) 气候和其他可能影响试验结果的状况；
 - h) 试验试样、仲裁试样和存查试样的最长保存期；
 - i) 任何偏离规定方法的采样及其理由，以及采样中观察到的任何异常情况。
- 采样报告的有关信息应附随样品，或通知制样人员。

表 C.2 (续)

| 样号 | 灰分值 $A_d/\%$ | A_d^2 |
|----|-----------------|----------|
| 6 | 16.40 | 268.96 |
| 7 | 15.70 | 246.49 |
| 8 | 16.30 | 265.69 |
| 9 | 18.00 | 324.00 |
| 10 | 16.70 | 278.89 |
| 求和 | 165.00 | 2 728.26 |

重复试样的数目 $j=10$ 。

平均结果为 $165/10=16.5\%$

试样总体标准差 s 为：

$$s = \sqrt{\frac{2\,728.26 - \frac{165^2}{10}}{9}} = 0.800$$

批煤平均灰分精密度最佳估计值为：

$$P = \frac{2s}{\sqrt{j}} = \frac{2 \times 0.800}{\sqrt{10}} = 0.506\%$$

从表(7)查得自由度为 10 时, $a_u=1.75$, $a_L=0.70$,

$$a_u P = 1.75 \times 0.506 = 0.89(\%);$$

$$a_L P = 0.70 \times 0.506 = 0.35(\%)。$$

则该批煤的真实精密度在 95% 置信概率下落在 0.35% 和 0.89% 之间。

C.1.3.3 例行采样方案的设计

如果需要在本试验基础上设计该种煤的常规采样方案,可将本试验所得精密度、每个试验的子样数目和采样单元数代入式(4),并推算出子样方差(参见 GB/T 19494.3),然后可按照 5.3 给出的程序设计常规采样方案。

C.2 偏倚试验

任何一个人工采样程序(包括移动煤流采样、静止煤全煤柱采样、深部或深部分层采样和表面采样)及其所用采样工具都应进行偏倚试验。

偏倚试验按 GB/T 19494.3 进行,但进行静止煤采样偏倚试验时用以下方法构成试样对(包括子样对、多个子样构成的试样对和总样对):

人工钻孔参比试样和全深度试样;

人工钻孔参比试样和深部试样;

人工钻孔参比试样和表面试样。

附录 B
(资料性附录)

本标准与 ISO 18283:2006(E)的技术性差异及其原因

表 B.1 给出了本标准与 ISO 18283:2006(E)的技术性差异及其原因对照一览表。

表 B.1 本标准与 ISO 18283:2006(E)的技术性差异及其原因

| 本标准的章条编号 | 技术性差异 | 原因 |
|-------------|---|---|
| 标准名称 | 标准名称不同。ISO 标准名称为:硬煤和焦炭——人工采样 | 国标强调了“商品煤”,但两个标准的实质技术内容相同 |
| 1 | 1) 适用范围差异:本标准为褐煤、烟煤和无烟煤,ISO 标准为硬煤和焦炭 2) 删除了 ISO 标准中有关制样部分内容 | 1) 标准体系差异:ISO 标准体系中煤和焦炭为一个体系,中国为两个不同体系;ISO 标准中褐煤采样有单独标准 2) 国家标准体系中,煤样的制备为单独的标准 |
| 2 | 1) 引用我国国家标准 2) 删除了 ISO 579、ISO 589:2003、ISO 687 和 ISO 3310-1 | 1) 适应国家标准的要求 2) 本标准未引用内容 |
| 3 | 1) 增加了部分术语及其定义:3.2、3.6、3.10、3.11、3.26、3.29、3.30、3.32 2) 按中国标准习惯对部分定义进行了修改或细化:3.1、3.9、3.14、3.19、3.21、3.22 | 1) 方便使用及标准结构需要 2) 对 ISO 标准定义中不详细或明确之处进行补充,适合国情 |
| 4.1 | 增加部分原则性描述和要求 | 使之更清晰,便于使用,适合国情 |
| 4.2 | 整合 ISO 标准中 4.4.1~4.4.4 内容,格式进行编排,技术内容相同 | 使内容连贯,便于使用;适合中国人习惯 |
| 5.1 | 比 ISO 标准新增内容:将基本采样方案纳入本标准 | 考虑 GB 475—1996 内容延续,便于使用 |
| 5.2.1~5.2.3 | 比 ISO 标准新增内容:基本采样方案中吸收 GB 475—1996 内容 | GB 475—1996 内容延续,便于使用 |
| 5.2.4 | 1) 整合 ISO 标准中 4.4.9 和 4.4.10 内容,格式进行编排,技术内容相同 2) 对表 4、表 5 和表 6,删除部分中国不使用的粒度级,增加部分中国使用的粒度级 3) 增加了计算子样最小质量和平均质的公式 | 1) 使内容连贯,便于使用;适合中国人习惯 2) 使粒度适合国情用,适合中国人习惯 |
| 5.3.2.1 | 合并了 4.3.1 和 4.3.2 的内容,技术内容相同 | 使内容连贯,便于使用;适合中国人习惯 |
| 5.3.2.2 | 增加内容:采样精密度确定 | 便于使用,适合国情 |

表 B.1 (续)

| 本标准的章条编号 | 技术性差异 | 原因 |
|----------|--|--|
| 5.3.2.3 | 合并了 4.4.5~4.4.7 的内容,技术内容相同 | 使内容连贯,便于使用;适合中国人习惯 |
| 5.3.2.4 | 1) 增加批量大于基本采样单元量时,采样单元数和子样数的计算(公式 16 和公式 19) 2) 5.3.2.4.2 中,综合了 ISO 标准 4.4.5~4.4.7 中 V_1 、 V_m 、 V_{PT} 未知时的初始设定值 | 1) 便于使用;考虑 GB 475—1996 内容延续,适合国情 2) 使内容连贯,便于使用;适合中国人习惯 |
| 6.1 | 1) 综合了 ISO 标准 5.2~5.4;5.6.1~5.6.3 的技术内容,重新编排、细化,基本技术要求相同 2) 6.1.2 中,将不适用煤流量由 100 t/h 改为 400 t/h 3) 6.1.2.1.1~6.1.2.1.2.3 中,细化子样分布的规定 | 1) 使标准结构清晰、便于使用,适合中国人习惯和国内采样人员情况 2) 适合中国具体情况 3) 便于使用;考虑 GB 475—1996 内容延续,适合国情 |
| 6.2 | 1) 综合了 ISO 标准 5.6.4~5.6.6;5.7~5.9 的技术内容,重新编排、细化,基本技术要求相同 2) 6.1.2 中,细化规定,增加了顶部表面采样的规定条件 3) 6.2.2.6.2 中,增加了子样点布置的详细规定 | 1) 使标准结构清晰、便于使用,适合中国人习惯和国内采样人员情况 2) 便于使用;考虑 GB 475—1996 内容延续,适合国情 3) 便于使用;考虑 GB 475—1996 内容延续,适合国情 |
| 7 | 增加的内容:间断采样方法 | 便于使用,适合国情 |
| 8 | 增加的内容:各种煤样的采取 | 便于使用,适合国情 |
| 9 | 对各种工具增加了说明或要求 | 便于使用 |
| 附录 A | 增加内容:本标准与 ISO 18283:2006(E) 章条编号对照表 | 国家标准编写要求 |
| 附录 B | 增加内容:本标准与 ISO 18283:2006(E) 的技术性差异及其原因 | 国家标准编写要求 |
| 附录 C.1.1 | 增加“概述” | 便于使用;适合国情 |
| 附录 C.1.2 | 比 ISO 标准增加了双份子样数精密度核对方法 | 参照 GB/T 19494 修改编写,便于使用 |
| 附录 D | 与 ISO 标准附录 A 相对应,但增加部分样方案设计计算 | 实际情况编写,适合国情 |

附 录 C
(规范性附录)
采样精密度核验和偏倚试验

C.1 精密度核验

C.1.1 概述

任何一种采样方法、包括本标准 5.2 规定的基本采样方案都应进行精密度核验。当采样涉及的煤种和煤源比较多时,应选取品质最不均匀(或灰分最高)的煤进行精密度核验。如采用的方案不止一个时,应对所有的方案进行核对。

C.1.2 例行采样程序精密度估算

C.1.2.1 双倍子样数双份采样法

- a) 取同一批或同一种煤的若干批煤的至少 10 个采样单元,从每一采样单元采取正常子样数(n_0)双倍($2n_0$)的子样,并将之交叉合并成 2 份试样,每份由 n_0 个子样构成。共得至少 10 对双份试样。
- b) 对各对试样进行某一品质参数,如干基灰分测定。
- c) 分别按式(C.1)、式(C.2)和式(C.3)计算双份试样的标准差 s 和精密度 P :

$$s = \sqrt{\frac{\sum d^2}{2n}} \dots\dots\dots (C.1)$$

式中:

d ——双份试样间的差值;

n ——双份试样对数。

95%置信概率下单个采样单元精密度为:

$$P_i = 2s \dots\dots\dots (C.2)$$

m 个采样单元平均值的精密度为:

$$P = \frac{P_i}{\sqrt{m}} \dots\dots\dots (C.3)$$

- d) 从精密度范围计算因素表(表 C.1)中查出自由度 f (即双份试样对数)下的精密度上、下限因素 a_u 和 a_L ,然后计算精密度上、下限:

$$\text{上限} = a_u P$$

$$\text{下限} = a_L P$$

- e) 比较期望精密度 P_0 与单个采样单元或多个采样密度
 如 $a_L P < P_0 < a_u P$,则采样精密度符合要求;但如范围
 则不应做结论,还须进一步试验,然后将试验结果与原结果
 落在置信范围以外。 密度
 $a_u P$ 超过最差允许精密度 P_w ,
计算,直到 P_w 超过 $a_u P$ 或 P_0

如 $P_0 \geq a_u P$,则采样精密度优于期望精密度;

如 $P_0 \leq a_L P$,则精密度不符合要求。

表 C.1 精密度范围计算因素

| f | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 15 | 20 | 25 | 50 |
|------------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| 下限因素 a_L | 0.62 | 0.64 | 0.66 | 0.68 | 0.69 | 0.70 | 0.74 | 0.77 | 0.78 | 0.84 |
| 上限因素 a_u | 2.45 | 2.20 | 2.04 | 1.92 | 1.83 | 1.75 | 1.55 | 1.44 | 1.38 | 1.24 |

C.1.2.2 例行子样数双份采样法

当条件不允许用双份子样数双份采样法进行试验或需要在例行采样下测定精密度时,可用例行子样数双份采样法。该法的精密度估算与 C.1.2.1 相同,仅双份试样对的合成和精密度的计算不同。

方法如下:

- 取同一批或同一种煤的若干批煤的至少 10 个采样单元,从每一采样单元采取与例行子样数 n_0 相等的子样,将它们交叉合并成 2 份试样,每份试样由 $n_0/2$ 个子样组成,共得至少 10 对双份试样。
- 对各对试样进行某一品质参数,如干基灰分测定。
- 分别按式(C.1)、式(C.2)和式(C.3)计算子样数为 $n_0/2$ 的双份试样的标准差 s 和精密度 P ;
- 由式(C.4)计算出子样数为 n_0 时的精密度:

$$P_{n_0} = \frac{P_{n_0/2}}{\sqrt{2}} \quad \dots\dots\dots (C.4)$$

- 按 C.1.2.2.1 方法进行精密度判定。

C.1.3 特定批煤精密度的测定(多份采样法)和例行采样方案设计

C.1.3.1 特定批煤精密度的测定

当对一特定的批煤采样并要求得到其精密度时,可使用下述的多份采样方法:

- 选定一测定参数,如干基灰分,按前述方法建立一个要求精密度下的采样方案。
- 按采样方案,将该批煤分为 m 个采样单元,每个单元采取 n 个子样,将 mn 个子样依次轮流放入 j 个容器中,合并成 j 个试样(j 不应小于 m ,且不应小于 10)。
- 分别按式(C.5)和式(C.6)计算试样总体标准差 s 和该批煤平均值精密度最佳估算值 P :

$$s = \sqrt{\frac{\sum x_i^2 - \frac{(\sum x_i)^2}{j}}{j-1}} \quad \dots\dots\dots (C.5)$$

$$P = \frac{2s}{\sqrt{j}} \quad \dots\dots\dots (C.6)$$

- 按 C.1.2.2.1 所述方法计算精密度上限($a_u P$)和下限($a_L P$),则该批煤的真实精密度在 95% 置信概率下落在上限($a_u P$)和下限($a_L P$)之间。

C.1.3.2 示例

表 C.2 为对一特定批煤进行多份采样的试验结果。

表 C.2 特定批煤采样机试验结果

| 样号 | 灰分值 $A_d / \%$ | A_d^2 |
|----|-------------------|---------|
| 1 | 15.30 | 234.09 |
| 2 | 17.10 | 292.41 |
| 3 | 16.50 | 272.25 |
| 4 | 17.20 | 295.84 |
| 5 | 15.80 | 249.64 |

表 C.2 (续)

| 样号 | 灰分值 $A_d/\%$ | A_d^2 |
|----|-----------------|----------|
| 6 | 16.40 | 268.96 |
| 7 | 15.70 | 246.49 |
| 8 | 16.30 | 265.69 |
| 9 | 18.00 | 324.00 |
| 10 | 16.70 | 278.89 |
| 求和 | 165.00 | 2 728.26 |

重复试样的数目 $j=10$ 。

平均结果为 $165/10=16.5\%$

试样总体标准差 s 为：

$$s = \sqrt{\frac{2\,728.26 - \frac{165^2}{10}}{9}} = 0.800$$

批煤平均灰分精密度最佳估计值为：

$$P = \frac{2s}{\sqrt{j}} = \frac{2 \times 0.800}{\sqrt{10}} = 0.506\%$$

从表(7)查得自由度为 10 时, $a_u=1.75$, $a_L=0.70$,

$$a_u P = 1.75 \times 0.506 = 0.89(\%);$$

$$a_L P = 0.70 \times 0.506 = 0.35(\%)。$$

则该批煤的真实精密度在 95% 置信概率下落在 0.35% 和 0.89% 之间。

C.1.3.3 例行采样方案的设计

如果需要在本试验基础上设计该种煤的常规采样方案,可将本试验所得精密度、每个试验的子样数目和采样单元数代入式(4),并推算出子样方差(参见 GB/T 19494.3),然后可按照 5.3 给出的程序设计常规采样方案。

C.2 偏倚试验

任何一个人工采样程序(包括移动煤流采样、静止煤全煤柱采样、深部或深部分层采样和表面采样)及其所用采样工具都应进行偏倚试验。

偏倚试验按 GB/T 19494.3 进行,但进行静止煤采样偏倚试验时用以下方法构成试样对(包括子样对、多个子样构成的试样对和总样对):

人工钻孔参比试样和全深度试样;

人工钻孔参比试样和深部试样;

人工钻孔参比试样和表面试样。

附录 D

(资料性附录)

子样质量、采样单元数量和采样单元子样数的计算举例

D.1 概述

计算中将使用下列参数和符号：

P_L 批煤的采样精密度，以灰分(A_d)绝对值表示；

P_{SL} 一个采样单元在 95%置信水平下采样精密度；

V_1 初级子样方差；

V_m 采样单元方差；

V_{PT} 制样和化验方差；

m 采样单元数目；

n 每个采样单元的子样数。

D.2 例 1

D.2.1 相关参数

一批煤，相关参数如下：

标称最大粒度：50 mm；

批量：20 000 t；

期望的批煤采样精密度： $P_L = 0.4\%$ ；

制样和化验方差： $V_{PT} = 0.05$ ；

初级子样方差， V_1 ：洗煤， $V_1 = 5$ ；未洗煤， $V_1 = 10$ 。

D.2.2 可能采取的采样方案

表 D.1 列出了不同采样方案中各采样参数的计算结果：

表 D.1 对洗煤和未洗煤，不同采样方案中变量的计算

| 序号 | 项目 | 参照 | 规定条件下的结果 | | | | | | | |
|----|------------------|--------------|---------------|-------|-------|-------|-----------------|-------|-------|-------|
| | | | 洗煤($V_1=5$) | | | | 未洗煤($V_1=10$) | | | |
| 1 | 采样单元数 | | 2 | 4 | 5 | 10 | 2 | 4 | 5 | 10 |
| 2 | 采样单元/t | | 10 000 | 5 000 | 4 000 | 2 000 | 10 000 | 5 000 | 4 000 | 2 000 |
| 3 | 参考子样质量 m_a /kg | 公式 10 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 |
| 4 | 初级子样数 | 公式 17 | 167 | 45 | 33 | 14 | 333 | 91 | 67 | 29 |
| 5 | 一般试样要求的最小总样质量/kg | 表 4 | 170 | 170 | 170 | 170 | 170 | 170 | 170 | 170 |
| 6 | 总样的计算质量/kg | 3×4 | 501 | (135) | (| 999 | 273 | 201 | (87) | |

D.2.3 讨论

由表 D.1 清楚地看出，随着采样单元数的减少，总样质一方面给制样和管理增加麻烦，另一方面会使采样周期延长。

洗煤采样单元数为 4、5 和 10；未洗煤采样单元数为 10 时，总样的计算质量都达不到要求(170 kg)，为确保采样精密度，可按下述方法之一处理：

增加子样数 n 到 $n=170/m_a=170/3\cong 57$; 或

增加子样质量 \bar{m} 到 $\bar{m}\geq 170/n$ 。

D.3 例 2

一批 20 000 t 洗精煤由皮带输送装船, 要求采样精密度为 0.5%(灰分), 已知:

初级子样方差 $V_1=3.0$;

制样和化验方差 $V_{PT}=0.1$;

求每一采样单元子样数。

解: 取 5 000 t 为起始采样单元, 按式(16)计算采样单元数:

$$m = \sqrt{\frac{20\,000}{5\,000}} = 2$$

按式(17)计算每一采样单元子样数:

$$n = \frac{4V_1}{2P_L^2 - 4V_{PT}} = \frac{4 \times 3.0}{2 \times 0.5^2 - 4 \times 0.1} = 120$$

D.4 例 3

一列火车, 由 50 节车皮组成, 运输 3 000 t 筛选煤, 要求采样精密度为 1.5%(灰分)

已知:

标称最大粒度 50 mm

初级子样方差 $V_1=20$

制样和化验方差 $V_{PT}=0.15$

设计采样方案。

解:

将整批煤作为一个采样单元采样, 即 $m=1$, 计算初级子样数:

$$n = \frac{4V_1}{mP_L^2 - 4V_{PT}} = \frac{4 \times 20}{1.5^2 - 4 \times 0.15} = 49$$

按每个车厢采一个子样计, $n=50$ 。

按本标准规定, 子样最小质量为 3 kg(见表 6), 总样最小质量 170 kg(见表 4), 则计算总样质量 = 3 kg × 50 = 150 kg, 计算总样质量小于规定的总样最小质量 170 kg, 故采用如下方法之一进行调整:

在子样质量为 3 kg 下增加子样数:

$$n = \frac{\text{总样质量}}{\text{子样质量}} = \frac{170 \text{ kg}}{3 \text{ kg}} \approx 57$$

故共采取 57 个子样, 每车采 1 个子样(共 50 个子样), 余下的 7 个子样按系统分配法, 每 7 辆车采 1 个子样。

或:

在子样数为 50 下, 增加子样质量:

$$\text{子样质量} = \frac{\text{总样质量}}{\text{子样数}} = \frac{170 \text{ kg}}{50} \text{ kg}$$

故每车采 1 个子样, 共采取 50 个子样, 每个子样最小

D.5 例 4

某港进入一批 2 400 t(40 个车皮) 粒度小于 25 mm 的洗煤, 要求采样精密度为 0.8%(干基灰分), 拟进行间断采样。根据以往采样资料知: $V_1=5$, $V_m=0.5$, $V_{PT}=0.1$, 求需进行采样的采样单元数。

解: 拟定 $m=10$ (每 4 车为一采样单元); $n=12$ (每车采 3 个子样)。

$$\text{则 } u = \frac{4m \left(\frac{V_1}{n} + V_m + V_{PT} \right)}{mP_L^2 + 4V_m} = \frac{4 \times 10 \left(\frac{5}{12} + 0.5 + 0.1 \right)}{10 \times 0.8^2 + 4 \times 0.5} = 4.8 \approx 5$$

据上设计采样程序为：将 40 车皮每 4 车一组顺序分成 10 个采样单元，用随机方法从 10 个采样单元中选取 5 个，然后从每个采样单元的每个车皮中，用随机方法从 18 个采样点的 3 点中各采取 1 个子样，每个子样约 3.5 kg（参见表 4）。分别对 5 个总样进行制备和灰分或其他参数测定，取它们的平均值为该批煤的灰分或其他参数值。

附录 E

(资料性附录)

粒度大于 150 mm 或其他粒度大块物料的处理方法

E.1 概述

在原煤采样中,如粒度大于 150 mm 的大块物料(煤或矸石)质量分数超过 5%,采样时遇到大块物料不应故意推开,应采入子样中。采样后,将粒度大于 150 mm 大块物料和其他物料分别进行制样和化验,按粒度大于 150 mm 大块物料在批煤中的比例进行加权平均,以获得总样的参数(如灰分或发热量)结果。

E.2 采样

采样按本标准规定进行,采取子样时如采样点位上有粒度大于 150 mm 的大块物料(煤或矸石),应将其采入子样中。

E.3 处理方法

E.3.1 用 150 mm 的筛子筛分,将筛上物(大块物料)和筛下物各作为 1 个分样。

E.3.2 将上述两个分样按如下方法之一进行处理:

E.3.2.1 按 GB 474 对两个分样分别进行制样和化验,然后按下式计算有关品质参数的加权平均值:

$$\bar{X} = \frac{X_1 P + X_2 (100 - P)}{100}$$

式中:

\bar{X} ——批煤品质参数(如灰分)值;

X_1 ——粒度大于 150 mm 大块物料品质参数测定值;

X_2 ——粒度小于 150 mm 煤品质参数测定值;

P ——粒度大于 150 mm 大块物料的质量分数, %。

E.3.2.2 将两个分样破碎到一定粒度后,按大块物料所占质量分数将两个分样合并成一个试样,进一步制备和化验,所得结果即为批煤品质参数结果。

E.4 粒度大于 150 mm 大块物料的质量分数可通过以下方式获得:

- a) 通过以往对同一煤源的煤所作的筛分试验数据确定;
- b) 按本标准规定方法对本批煤采取粒度分析样品后,通过粒度分析测定;
- c) 其他粒度大块物料的处理方法同上。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
商 品 煤 样 人 工 采 取 方 法
GB 475—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 6 印张 2.25 字数 60 千字
2 版 2009年2月第一次印刷

*

55066 • 1-35673

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB 475-2008